



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	ODSフェライト鋼の高温変形機構に関する研究
Author(s)	杉野, 義都
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(工学)
Dissertation Number	甲第11441号
Issue Date	2014-03-25
DOI	https://doi.org/10.14943/doctoral.k11441
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/64922
Type	doctoral thesis
File Information	Yoshito_Sugino.pdf



ODS フェライト鋼の高温変形機構に関する研究

Study on the high temperature deformation mechanism of ODS Ferritic Steels

杉野 義都

目次

第1章 序論	1
1.1 研究の背景	1
1.2 金属の高温変形メカニズム	3
1.3 ODS 鋼の高温変形に関する従来の研究	16
1.4 研究の目的	18
1.5 本論文の構成	18
第2章 ODS フェライト鋼の引張変形挙動	22
2.1 はじめに	22
2.2 実験方法	22
2.2.1 試料の作製	
2.2.2 結晶方位解析	
2.3 実験結果	37
2.4 考察	42
2.5 まとめ	47
第3章 ODS フェライト鋼のクリープ変形挙動	49
3.1 はじめに	49
3.2 実験方法	49
3.3 実験結果	50
3.4 考察	57
3.5 まとめ	60

第4章 ODS フェライト鋼における高温変形の歪速度依存性	61
4.1 はじめに	61
4.2 実験方法	61
4.3 実験結果	62
4.4 考察	69
4.5 まとめ	71
 第5章 結晶粒組織変化に基づいた ODS フェライト鋼の高温変形メカニズムの 解明	 73
5.1 はじめに	73
5.2 実験方法	73
5.3 実験結果	74
5.4 考察	88
5.5 ODS フェライト鋼の高温変形モデル	89
5.6 まとめ	94
 第6章 総括	 96

謝辞

第1章 序論

1.1 研究の背景

将来のエネルギーの確保と CO₂ 排出削減は世界的規模で重要な課題になっている [1-3]。特に化石燃料がほとんどない我が国においては、福島第一原子力発電所の事故以来、再生可能エネルギーへの期待が高まっている。再生可能エネルギーが重要な電力源になり得るのは 2030 年以降というのが大方の見方であり、当面は原子力発電でまかなっていた電力を火力発電で代替せざるを得ないと考えられている。そのためには、火力発電の高効率化が重要なテーマとなり、経済産業省主導で 700℃級超々臨界圧(Advance Ultra Super Critical, A-USC)火力発電の実用化に向けて技術開発が進められている。火力発電設備は電力需要に合わせて出力調整して運転するため、高温に曝される部材は熱疲労損傷を受ける。この損傷を減らすため、熱膨張率の小さい高 Cr-フェライト鋼が使用されている。これまでに開発されている 650℃における代表的な高 Cr-フェライト鋼の高温強度と破断時間の関係を Fig. 1-1 に示す[2]。破断応力を他のフェライト鋼と比較すると、焼き戻しマルテンサイト組織を持つ酸化物粒子分散強化(Oxide Dispersion Strengthened, ODS) 9Cr-フェライト鋼が最も優れた高温強度を有していることがわかる。現状の石炭火力蒸気タービンの使用温度は 600℃であり、そのタービン動翼には高 Cr フェライト鋼が使用されている。しかし A-USC では 700℃に上昇し、高 Cr フェライト鋼ではもたないことから、新規 Ni 基超合金の開発が進められている。一方熱膨張率の小さい ODS フェライト鋼は 700℃で十分な強度を有することから、Ni 基超合金に代わる動翼材としての適用が期待される。

原子力発電については、現在我が国のエネルギー基本計画が策定中であり未

だ明確な方針が出されていないが、安全が確保された軽水炉から順次再稼働していくものと考えられる。ウランの有効利用を狙った高速増殖炉を核とする核燃料サイクル路線については我が国では全く不透明である。しかし Generation IVの国際的枠組みの基にフランス、中国、韓国、インドなどの諸外国では積極的な開発が進められている。Generation IVの原子炉タイプのうち、ナトリウム冷却による高速増殖炉（Fast Breeder Reactor, FBR）[4]が最も有望とされており、これに用いられる燃料被覆管には 700℃の使用温度で核分裂生成ガスの蓄積による寿命末期の周応力 120MPa に耐えうる高温強度が要求されている[3]。

高温で安定なイットリア (Y_2O_3) で分散強化した ODS フェライト鋼は、優れた高温強度を有することから、ナトリウム冷却高速増殖炉の有望な燃料被覆管として、その開発が世界的に進められている (Fig. 1.2) [3-7]。

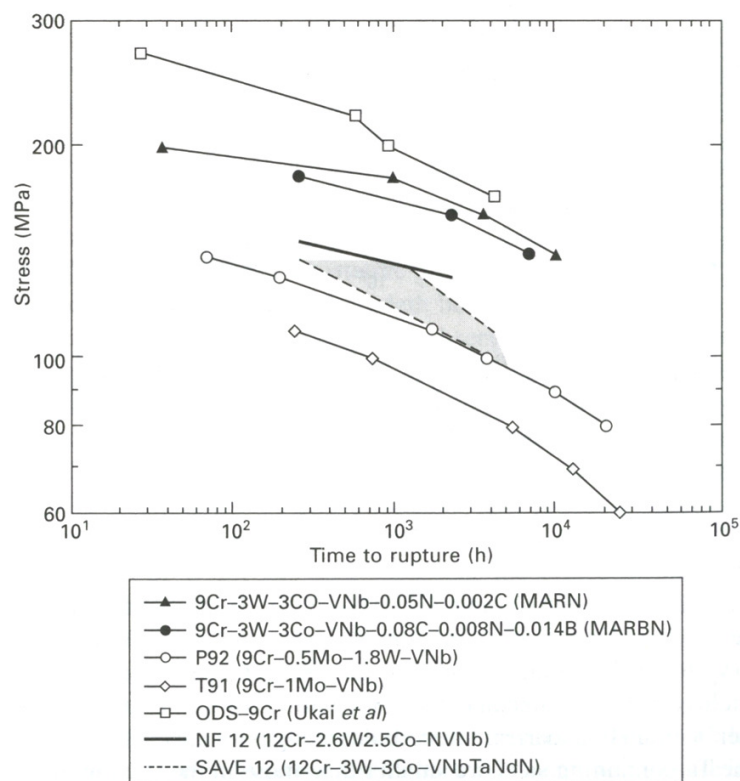


Fig. 1-1 高 Cr-フェライト鋼の高温強度[2]

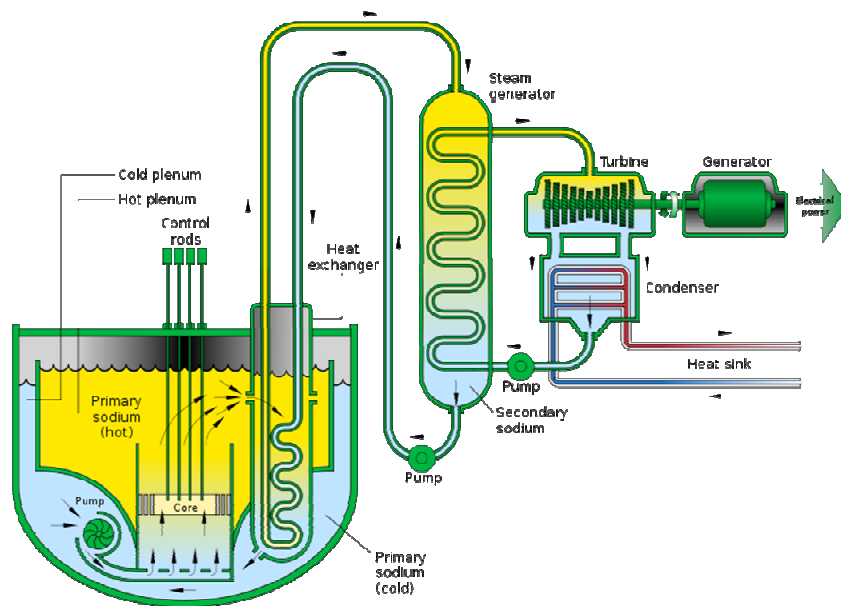


Fig.1-2 ナトリウム冷却による高速増殖炉の概略図[3]

1.2 金属の高温変形メカニズム

金属材料は多結晶体であり、面と方向で決まる方位関係が異なる結晶粒の間の境界である結晶粒界を持つ。本研究で着目する金属材料の高温変形の研究については、これまでに多くの優れた専門書や文献が存在する[8-10]。以下に、それらを簡潔に要約する。

金属材料を高温 ($T/T_m > 0.5$, 絶対温度における融点 T_m の 0.5 以上) で応力負荷した時、弾性域である応力で変形が進行する。これは、材料中の原子の拡散によって変形が生じるからであり、この現象は高温クリープ変形 (Creep deformation) と呼ばれている (以下、クリープ変形と呼ぶ)。

Fig. 1.3 は、横軸に時間、縦軸に歪をプロットした金属材料の一般的なクリープ曲線と温度、応力を変化させた時のクリープ曲線である[8]。Fig. 1.3(a) に示すようにクリープ変形における変形段階として、負荷直後から歪速度が次第に

減少する遷移クリープ(transient creep, primary creep)、歪速度が一定になる定常クリープ(steady state creep, secondary creep)、クリープ曲線が上向きに曲がり歪速度が次第に増加して破断に至る加速クリープ(accelerating creep)に分けられる。定常クリープ中では、変形で導入される転位による加工硬化と蓄積されたエネルギーを減少する転位の回復がバランスしている。これは材料中の転位が上昇運動することで動的回復(Dynamic recovery)・動的再結晶(Dynamic recrystallization)が生じるからである。

高応力、高温では材料は変形初期から歪が大きくなり、より短時間側で破断し、歪速度は増加する(Fig. 1.3(b))。実用材の安全に使用できる許容応力、寿命を求めるために10年のクリープ試験を行なうことは材料開発の面からも非現実的であるので、実際には使用される条件より過酷な高応力、高温の条件下で行なう。実験で得られたクリープ破断データから応力、時間、温度の関数で定式化した後、実際の許容応力を求めることができる。

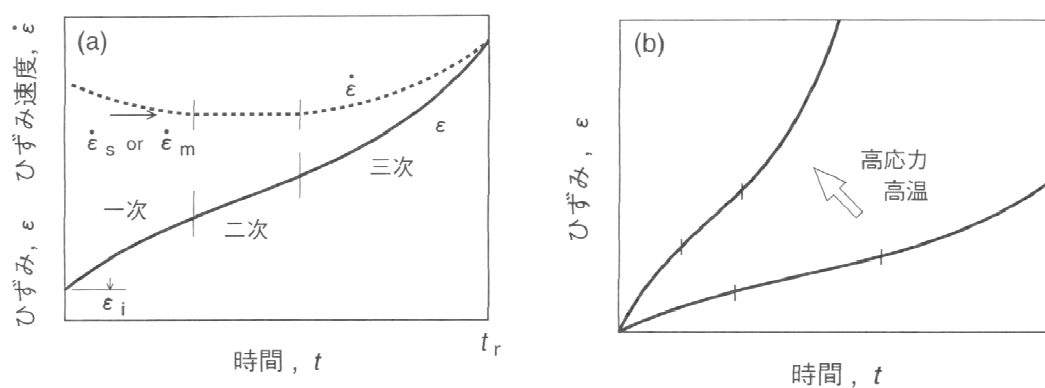


Fig. 1-3 金属材料の一般的なクリープ曲線[8]

(a) 時間とひずみ、歪速度の関係

(b) 応力と温度変化による歪の変化の概略図

クリープ歪速度 $\dot{\varepsilon}$ は式 (1.1) で表される。

$$\dot{\varepsilon} = A \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (1.1)$$

両辺に対数をとると、

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A + n \cdot \ln \left(\frac{\sigma}{E} \right) - \left(\frac{Q}{RT} \right) \quad (1.2)$$

となり、ヤング率 E で規格化した応力 σ/E が一定の条件で $\ln \dot{\varepsilon}$ と $1/T$ (絶対温度 T の逆数) で片対数プロットを作成すると、その傾きから、高温変形の見かけの活性化エネルギー (active energy) Q が計算される。ここで、 A は定数、 R はガス定数 ($8.314 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$) である。

高温クリープ変形による歪速度 $\dot{\varepsilon}$ は、特定の応力 σ および温度 T を用いて式 (1.3) の構成方程式で表わされる。

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \frac{G\Omega}{k_b T} \cdot \left(\frac{b}{d_g} \right)^p \cdot \frac{D}{b^2} \cdot \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (1.3)$$

G …剛性率、 Ω …モル体積、 k_b …ボルツマン定数、 T …温度、 D …拡散係数、 b …バーガスベクトル、 d_g …結晶粒径である。また、 n は応力指数、 p は粒径指数と呼ばれる。

クリープ変形について、1950 年代に Ashby がニッケルの変形機構領域図 (Fig. 1.4) を提案している [11]。特定の温度 T と応力 σ の条件下で材料の変形を支配する変形機構は、その条件下で最も速い変形速度をもたらす機構である。変形機構領域図は、温度と規格化応力の図上で変形の律速段階を示している。この図から高応力側から、理想強度、転位すべり、高温累乗則クリープ、低温累乗則クリープ、粒界拡散クリープ、格子拡散クリープの順で変形機構が推移することがわかる。結晶粒径の大小によって出現領域が異なり、より結晶粒径

が微細な方が拡散クリープの領域が広いことがわかる (Fig. 1.4 (a))。これは、高温変形が粒界での原子の拡散で律速されるためである。これらの機構について順に説明する。

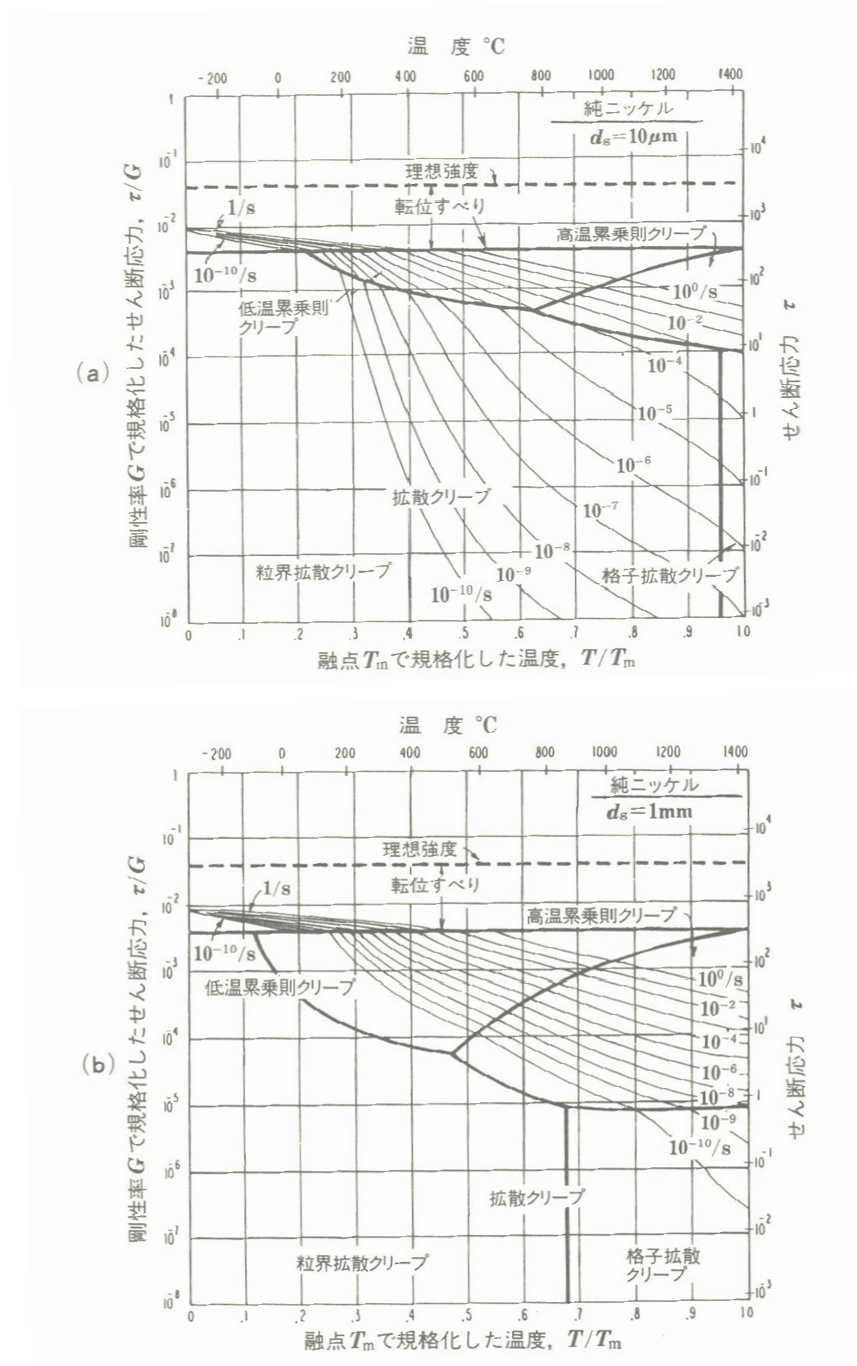


Fig. 1-4 ニッケルの変形機構領域図 [11]

転位クリープは、Fig. 1.5 に示すように障害物で止められた転位が空孔 (vacancy) を吸収して障害物の無い面へ上昇して、すべり運動が継続するプロセスである [8]。

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \frac{G\Omega}{k_b T} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \cdot \frac{D_{eff}}{b^2} \quad (1.4)$$

ここで D_{eff} は、有効拡散係数である。転位クリープの応力指数 n は 3 以上であり、粒径には依存しない。転位の上昇運動は、転位線上のジョグに空孔が流入、あるいは放出することで起こる。

分散粒子で強化された合金 (以下、分散強化合金) では、応力が小さくなるとクリープ速度が急速に低下する (Fig. 1.6)。これは変形のしきい応力 (threshold stress) が存在することを示しており、この応力以下では合金中の粒子に転位運動がブロックされて転位のすべり運動による変形は抑制される。しかしこのような低応力低歪速度域では、拡散クリープによる変形が起こると考えられている。その分散強化合金の変形の律速過程は、転位が障害物である分散粒子を上昇 (climbing) 運動またはすべり (glide) 運動する速度である。その変形機構について以下の 2 つが考えられている。

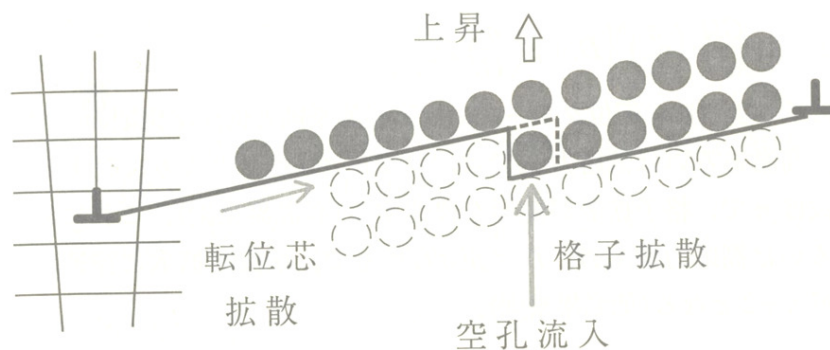


Fig. 1-5 転位クリープの概要図 [8]

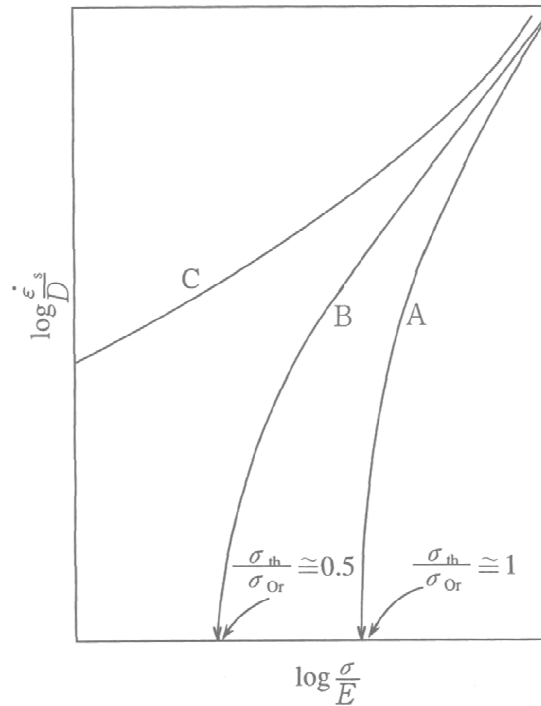


Fig. 1-6 分散強化合金の変形挙動[8]

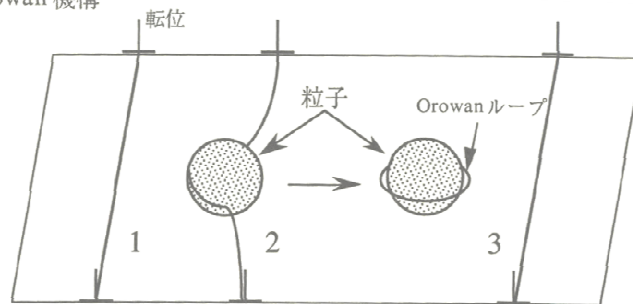
Orowan 機構は、転位が析出粒子を通過した後に、析出粒子の周りに 1 本の転位ループ (Fig. 1.7(a)) を形成する。母相よりも剛性率の大きな分散粒子は転位と斥力型の相互作用をして、粒子表面間距離 λ の間を転位が張り出すことを考えると、オロワン応力 τ_{or} は次式で表される。

$$\tau_{or} = Gb / \lambda \quad (1.5)$$

オロワン応力 τ_{or} は粒子表面間距離 λ を小さくなると大きくなるので、粒子を緻密に分散すると上昇する。

Srolovitz は、粒子表面で垂直方向の面力と接線方向のせん断力が、高温では格子拡散と粒子/母相間の界面すべりで緩和される可能性を示した。Fig. 1.7(b) は、転位と粒子が引力型で作用して、転位が粒子を離脱する時の離脱応力が分散強化応力に相当する。

(a) Orowan 機構



(b) Srolovitz 機構

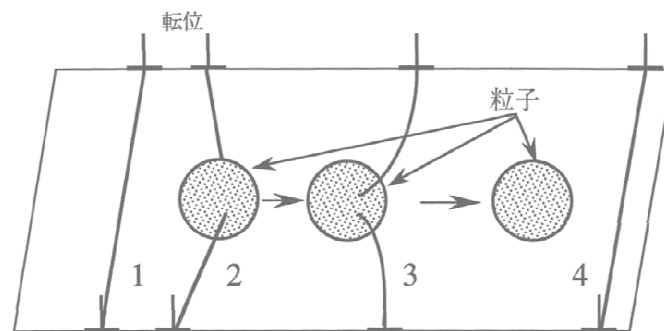
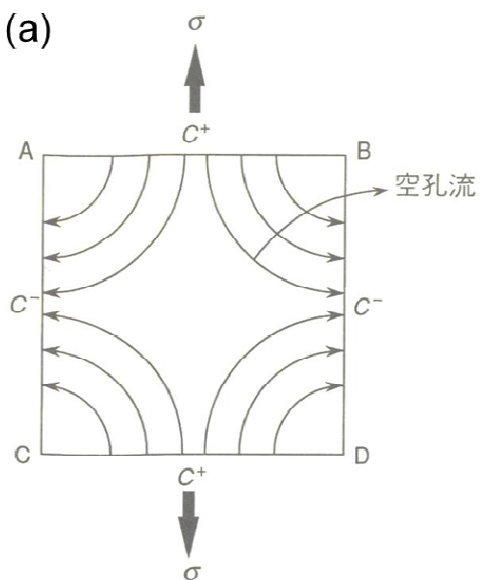


Fig. 1-7 (a)Orowan 機構と(b)Srolovitz 機構の模式図[8]

(a)



(b)

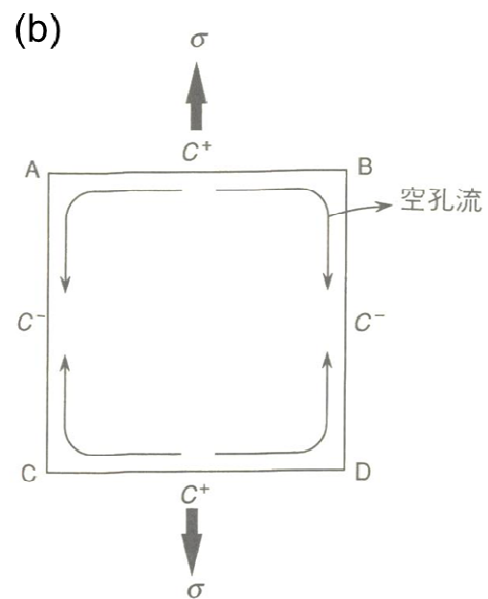


Fig. 1-8 (a)Coble creep と (b)Nabarro-Herring Creep の模式図[8]

拡散クリープは、低応力側において原子の流れで生じる変形[9-11]であり、原子が移動する経路により Fig. 1.8(a) の粒界を拡散する粒界拡散 (Coble) クリープと、Fig. 1.8(b) のような原子が格子内を拡散する粒内拡散 (Nabarro-Herring, N-H) クリープがある。

粒界拡散クリープの構成方程式は、式 (1.6) で与えられる。

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \frac{\Omega}{k_b T} \cdot \frac{D_{gb}}{d_g^2} \cdot \sigma \quad (1.6)$$

粒内拡散クリープの構成方程式は、式 (1.7) で与えられる。

$$\dot{\varepsilon} = \frac{16}{\pi} \frac{\Omega}{k_b T} \cdot \frac{D_l}{d_g^2} \cdot \sigma \quad (1.7)$$

Ashby が提唱した変形機構領域図には示されていないが、高温、低応力側において粒界部で変形が生じることが報告されている[12]。この多結晶体の粒界変形には粒界に沿うすべり変形が関係している。変形機構領域図では転位クリープと拡散クリープの中間の領域に位置するとされている。構成方程式はそれぞれ粒界拡散支配の場合は式 (1.8)、格子拡散支配の場合は式 (1.9) で表される。

D_{gb} は粒界拡散係数、 D_l は格子拡散係数、 E はヤング率である。

$$\dot{\varepsilon}_{gb} = \dot{\varepsilon}_0 \frac{G\Omega}{k_b T} \cdot \left(\frac{b}{d_g} \right)^3 \cdot \frac{D_{gb}}{b^2} \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \quad (\text{粒界拡散支配の場合}) \quad (1.8)$$

$$\dot{\varepsilon}_{lattice} = \dot{\varepsilon}_0 \frac{G\Omega}{k_b T} \cdot \left(\frac{b}{d_g} \right)^2 \cdot \frac{D_l}{b^2} \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \quad (\text{格子拡散支配の場合}) \quad (1.9)$$

高温での金属材料の歪速度 $\dot{\varepsilon}$ では、式(1.1)から式(1.9)で示されるように、温度 T 、応力 σ 、材料の結晶粒径 d_g が重要な因子になる。

粒界すべりの変形様式について考えると、多結晶体で粒界すべりが生じると、

当然、次の隣接する結晶粒との間である粒界三重点で変形が止められることが容易に理解できる。この粒界すべりの発生メカニズムには問題点として粒界が平面的に存在するものでないこと、粒界すべりだけでは空隙を発生せずに大きな変形が起こり得ないことである。そこで粒界変形の変形様式には、現在、1. 空孔拡散による粒界すべり変形と 2. 転位移動による粒界すべりの2種類が報告されている[12]。

1. 空孔拡散による粒界すべり変形は、Ashby と Verrall により提唱された等軸晶のスイッチング挙動で表現されている[12-14]。Fig. 1.9(a)に示される上下の結晶粒同士が隣接している状態で、上下方向に応力負荷されると、結晶粒が引き離れる方向に粒界すべりが生じる。途中で Fig. 1.9(b)のように4つの結晶粒同士が隣接して結晶粒が上下方向に移動した結果として、最終的に Fig. 1.9(c)に示される左右の結晶粒同士が隣接して上下方向にひずみを生み出す。このとき、結晶粒の大きさは保たれるが、形状が変わる。このスイッチングの過程で、Fig. 1.10で示すように体(格子)拡散、粒界拡散によって粒界近傍での物質移動が生じる。Fig. 1.10の中の矢印は空孔の移動方向を表している。その意味では、この変形の素過程は Coble クリープや N-H クリープと同等とみなせる。Langdon らが指摘しているように、この変形機構では遷移過程(Fig. 1.9(b))を説明できず、大きなひずみの生成を説明できないことから、その正当性は明らかになっていない[12]。

2. 転位移動による粒界すべりは Ball と Hutchison により Fig. 1.11に示されるモデルに基づき提唱された変形機構である[15]。Fig. 1.11の結晶粒1~4までの粒界では転位が粒界面を移動することで粒界すべりを生み出す。その先にある結晶粒5で粒界三重点に達した転位が応力集中を発生させるが、それを緩和するように、粒内に導入された転位が反対側の粒界まで運動した後、消滅する。

転位が粒界に吸収される速度は式 (1.10) で表される。

$$\bar{v} = \frac{2\pi D \Omega \Gamma_0}{L^2 b k T} \quad (1.10)$$

ここで、 Γ_0 は転位の線張力、 L は粒界に沿った転位源と転位の吸収源の距離である。 $\Omega = b^3$ 、 $\Gamma_0 = b \lambda \tau$ 、 $L = Z b (d/b)$ であるので式 (1.10) は以下のようにになる。

$$\bar{v} = \frac{2\pi}{Z^2} D \lambda \frac{\mu b}{k T} \left(\frac{b}{d} \right)^2 \left(\frac{\tau}{\mu} \right) \quad (1.11)$$

ここで、 λ は湾曲した転位の半径、 Z は定数である。

転位の半径 λ について、粒界において転位が上昇運動するとき、 λ は初期の半径 λ_0 より大きくなる。そして、小さい弾性ひずみを含む時、

$$\gamma = \left(\frac{\lambda}{\lambda_0} \right) = \left(\frac{\tau}{\mu} \right) \quad (1.12)$$

さらに初期の半径 λ_0 は、

$$\lambda_0 = \omega b \quad (1.13)$$

となる。 ω は定数である。よって、式 (1.11) から式 (1.13) より、転位の吸収速度は、

$$\bar{v} = \frac{2\pi \omega b}{Z^2} D \frac{\mu b}{k T} \left(\frac{b}{d} \right)^2 \left(\frac{\tau}{\mu} \right)^2 \quad (1.14)$$

となる。粒界の幅は $y d$ (y は定数) で示されるとき、転位の吸収される時間 t は $y d / \bar{v}$ となる。また、粒界すべりは粒界移動を伴い、Ashby によると粒界移動量 M と粒界すべり量 S は以下の関係にある。

$$\frac{M}{S} = 0.5 \tan \left(\frac{\theta}{2} \right) \quad (1.15)$$

θ は隣接粒との配向差である。 $M=yd$ 、 $S=hb$ (h は定数) とすることができるので、式(1.10)を yd で表すと、

$$yd = 0.5hb \tan\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (1.16)$$

となる。よって、歪速度 $\dot{\gamma}$ は $1/t$ となるので、

$$\dot{\gamma} = AD_{GB} \frac{\mu b}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^2 \left(\frac{\tau}{\mu}\right)^2 \quad (1.17)$$

$$A = \frac{4\pi\omega}{hZ^2 \tan(\theta/2)} \quad (1.17) \quad ,$$

以上から式(1.17)中の応力指数は 2 であり、転位による粒界すべりの実験値と一致するが、転位の堆積を実証した実例が乏しい。

そこで Gifkins は結晶粒内部をコア、粒界周辺をマントルとして、[Fig. 1.12](#) で表される地球の内部構造のような Core and Mantle Model を提唱した[\[16-17\]](#)。応力が高い時は、コアはすべり変形するが、マントルでは粒界が存在するため、「幾何学的に必要な転位 (G-N 転位)」によるすべりが生じる。更に結晶粒径が大きい時はコアの変形が支配的になるが、結晶粒内にサブグレインが形成するなどで結晶粒径が小さくなるとマントルの影響が大きくなる。最終的にコアの活動は無くなり、マントルの幅が極端に小さくなることで粒界拡散クリープにより変形する。このモデルでは、転位は粒界上をすべり、粒界三重点に堆積することになる。この転位の堆積による応力集中を緩和するため、粒界転位は粒内転位となり、マントル内を運動する。これらの転位は消滅するか、再度、粒界に取り込まれ粒界転位となり運動を続ける。この時の歪速度は式(1.17)で表されるが、現在までに実験的に確証を得るまでには至っていない。

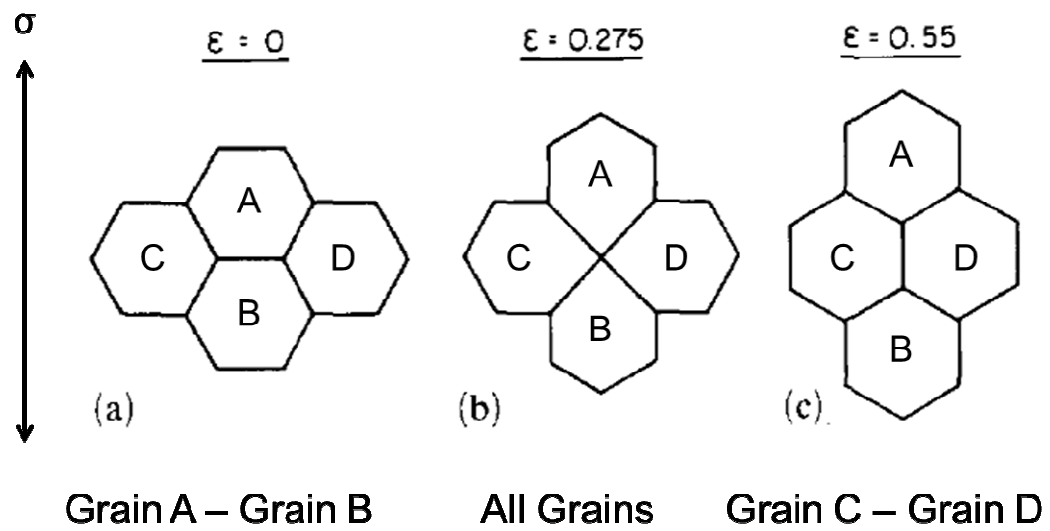


Fig. 1-9 Ashby と Verrall によって提案されたスイッチングモデル [12]

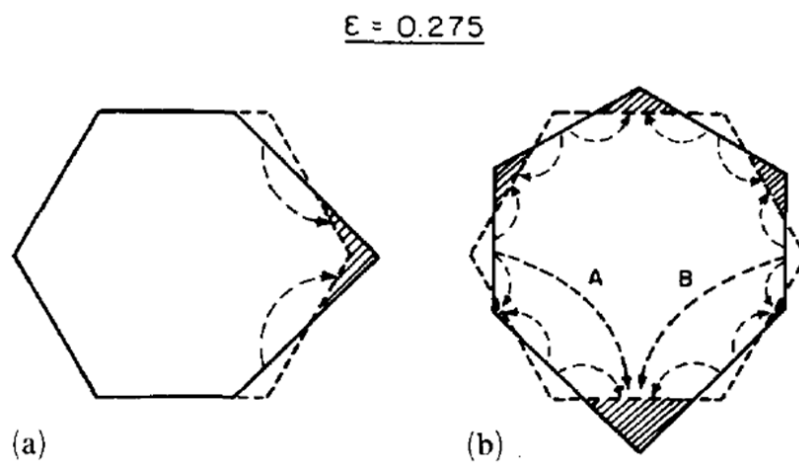


Fig. 1-10 スwitchングで生じる空孔の体拡散（矢印）と粒界拡散（黒塗り部）の拡散経路[4]

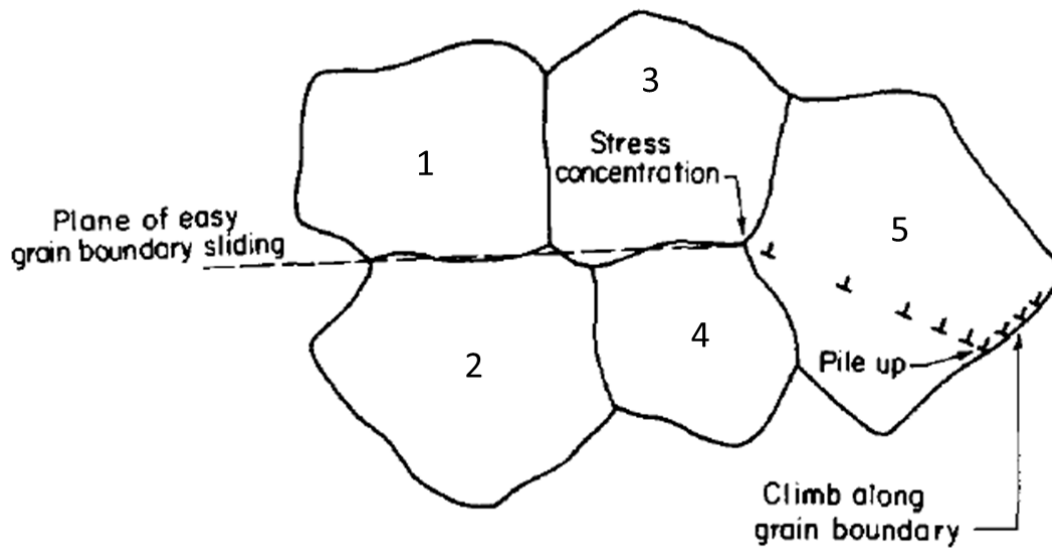


Fig. 1-11 Ball-Hutchison による粒界すべりモデル[15]

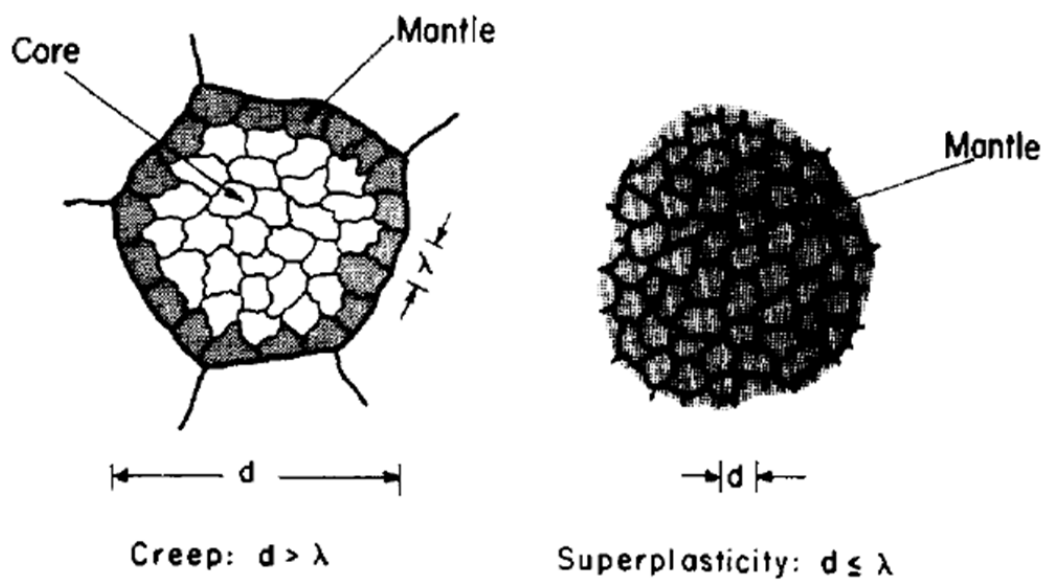


Fig. 1-12 Gifkins によるコア・マントルモデル[16]

1.3 ODS 鋼の高温変形に関する従来の研究

フェライト単相の ODS フェライト鋼は、一般の耐熱鋼と比較して圧延方向に伸長した結晶粒組織を有するため、高温において圧延方向に垂直方向の強度が乏しい欠点を有している。鵜飼らは酸化物粒子分散間隔が狭くなるほど、単軸クリープ強度と比較して内圧クリープ強度が低下することを明らかにしており、粒界での変形が垂直方向の強度低下を引き起こしている可能性を示唆している (Fig. 1.13) [18-20]。中島らは、13Cr-3W-0.5Ti-0.5Y₂O₃ 鋼で酸化物粒子の分散状態から、Orowan 機構および Srolovitz 機構に基づいて計算した変形のしきい応力が実測の長手方向のクリープ破断強度によく一致することを示した [21]。長手方向ではクリープ破断強度は粒内の変形と密接に関連しているが、これよりかなり低い応力で破断する内圧クリープ破断試験ではしきい応力以下でも粒界すべりによって変形が生じるとし、このような強度異方性は長く伸びた結晶粒に起因すると考えられている。また、1995 年に吉澤らは、応力軸に対して長く伸びた結晶粒の配列方向を変えた試験片の高温圧縮試験を行ない、粒界が応力に対して 45° の場合に強度が最も低く、粒界すべりが生じた間隔は TEM 観察から対応粒界の間隔に一致することを示した。更に歪速度と応力の間にある粒径指数を算出した結果、強度差が粒界のすべり方向の拡散経路の差であるとして、強度異方性の原因が伸長した結晶粒の粒界すべりに起因するためであるとした [22]。

これまで行われた ODS フェライト鋼の高温変形に関する研究 ([18-30]) で強度異方性の原因に関して残されている課題を①～③に挙げる。

①これまでに開発された耐熱鋼では低歪速度においても、高い応力指数を保持している (Fig. 1-14)。このことから、高温低歪速度側で応力指数 $n=2$ は実際に現れるかを検討する。

②表面では罫書き線のズレは観察されているが、実際に材料内部で粒界すべりは起こっているかを検討する。

③これらに基づき、粒界変形の支配因子を明らかにする。

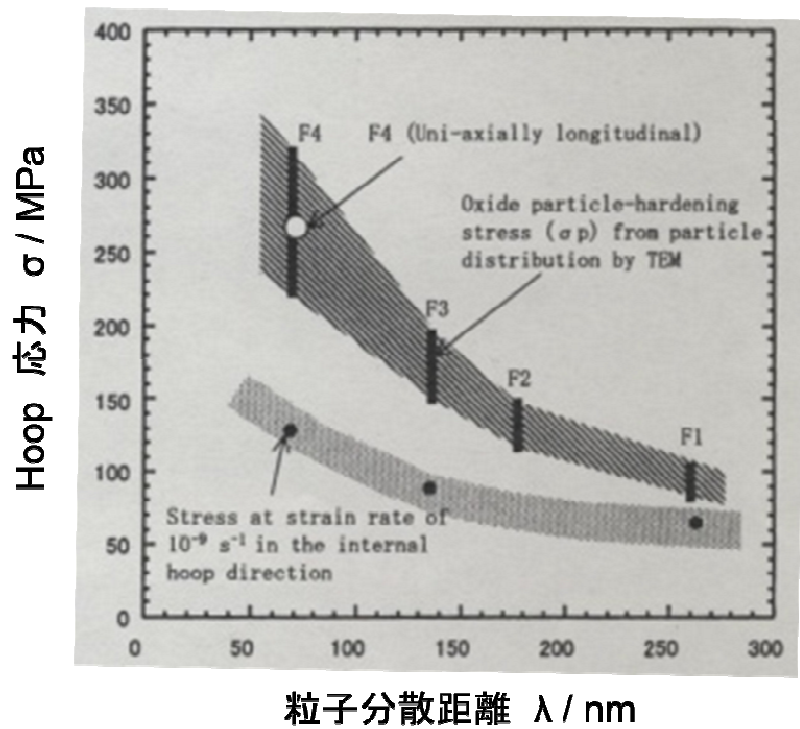


Fig. 1-13 700°Cにおける 12Cr-ODS フェライト鋼の酸化物粒子分散距離とクリープ強度の関係[4]

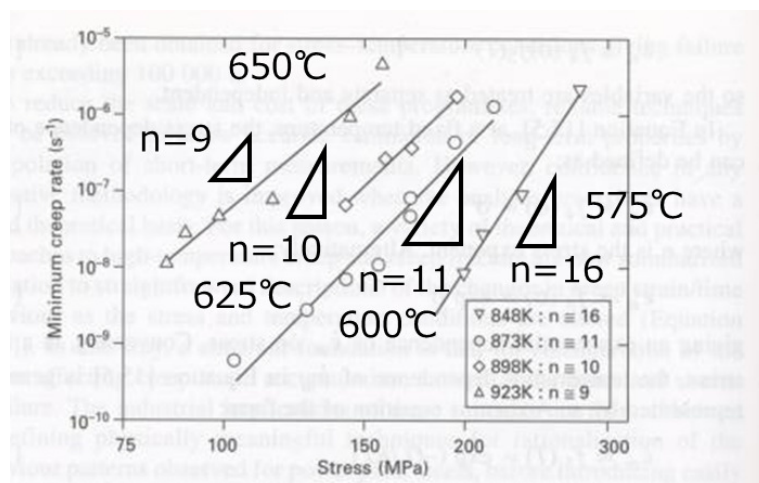


Fig. 1-14 改良 9Cr-1Mo 鋼(Gr. 91)における応力-歪速度両対数プロット[2]

1.4 研究の目的

本研究の目的は、ODS フェライト鋼の強度異方性および粒界での変形メカニズムを明らかにすることである。

そのために応力方向が結晶粒の伸長方向に対し、平行、 45° 、垂直方向の3方向になるように試験片を採取して、高温で引張、クリープ試験を行ない、変形組織を調査することで、ODS フェライト鋼の高温変形メカニズムを明らかにする。

1.5 本論文の構成

第2章では、ODS フェライト鋼の高温での引張変形挙動について述べる。

第3章では、低歪速度域で高温クリープ試験を行ない、ODS フェライト鋼の高温変形を評価する。

第4章では、冷間圧延を施した ODS フェライト鋼の粒界での変形挙動について調査する。

第5章では、以上の結果に基づき、ODS フェライト鋼の高温変形メカニズムについて検討する。

第6章では、本研究を総合的にまとめる。

参考文献

[1] 平修二、大谷隆一著：材料の高温強度論、オーム社(1980)。

[2] Fujio Abe, Torsten-Ulf and R. Viswanathan: “Creep-resistant steels” ,

Woodhead Publishing Limited (2008).

[3] 堀雅夫監修、基礎高速炉工学編集委員会 編：基礎高速炉工学、日刊工業新聞社(1993).

[4] S.Ukai, T.Nishida, T.Yoshitake: *Journal of Nuclear Materials*, **258** (1998) 1745.

[5] W. Izawa, S. Ukai, N. Oono, S. Hayashi, T. Sakamura, Y. Kohno, S. Ohtsuka, Takeji Kaito: *Journal of Nuclear Materials*, **442** (2013) S133.

[6] R. Kasada, S. Lee, J. Isselin, J. Lee, T. Omura, A. Kimura, T. Okuda, M. Inoue, S. Ukai, S. Ohnuki, T. Fujiwara, F. Abe: *Journal of Nuclear Materials* **417** (2011) 180.

[7] H. Noto, R. Kasada, A. Kimura, S. Ukai: *Journal of Nuclear Materials* **442** (2013) S567.

[8] 丸山公一編著、中島英治著：改訂版 高温強度の材料科学、内田老鶴圃 (2002)

[9] 木村宏著：改訂 材料強度の考え方、アグネ技術センター(2010)

[10] 渡辺義見、三浦博巳、三浦誠司、渡邊千尋共著：図でよくわかる機械材料学、コロナ社(2010)

[11] H. J. Frost and M. F. Ashby: “Rate Processes in Plastic Deformation

of Materials”, Ed. J. C. Li and A. K. Mukherjee, ASM. (1975) 70.

[12] T.G.Langdon: *Materials Science and Engineering* **A137** (1991) 1.

[13] M.F.Ashby and R.A.Verrall: *Acta Metallurgica* **21**(1973)149.

[14] M.F.Ashby: *Surface Science* **31**(1972)498.

[15] A.Ball and M.M.Hutchison: *Metal Science Journal* **3**(1969)1.

[16] R.C.Gifkins: *Metallurgical Transactions A* **7A**(1976)1225.

[17] R.C.Gifkins: *Journal of Materials Science* **13** (1978)1926.

[18] S. Ukai, M. Harada, H. Okada, M. Inoue, S. Nomura, S. Shikakura, T. Nishida, M.Fujiwara, K. Asabe: *Journal of Nuclear Materials* **204** (1993) 74.

[19] H. Okada, S. Ukai, M. Inoue: *Journal of Nuclear Science and Technology* **33**(1996) 936.

[20] S.Ukai, T.Okada, M.Fujiwara, T.Kobayashi, S.Mizuta, H.Nakashima: *Journal of Nuclear Science and Technology* **39** (2002) 872.

[21] 中島英治, 井上賢紀, 鵜飼重治, 吉永日出男, 鹿倉栄 : 材料とプロセス, **7** ,No. 3 (1994) 813

[22] 吉澤明展, 藤田剛志, 吉田冬樹, 中島英治 : 材料とプロセス, **8** ,No. 6 (1995)1367.

- [23] Y. Kawasaki, Y. Ikeda, T. Kobayashi and H. Sumiyoshi: *ISIJ international*, **9** (1996) 1208.
- [24] 吉澤明展, 藤田剛志, 吉田冬樹, 中島英治 : 鐵と鋼 , 日本鐵鋼協會々誌 **82**, No. 10 (1996) 865.
- [25] A. Wasilkowska, M. Bartsch, U. Messerschmidt, R. Herzog and A. Czyrska-Filemonowicz: *Journal of Materials Processing Technology* **133** (2003) 218.
- [26] A. Steckmeyer, M. Praud, B. Fournier, J. Malaplate, J. Garnier, J. L. Bechade, I. Tournie, A. Tancray, A. Bougault and P. Bonnaillie: *Journal of Nuclear Materials* **405** (2010) 95.
- [27] P. Susila, D. Sturm, M. Heilmaier, B. S. Murty and V. Subramanya: *Materials Science and Engineering A* **528** (2011) 4579.
- [28] A. Steckmeyer, V. H. Rodrigo, J. M. Gentzbittel, V. Rabeau and B. Fournier: *Journal of Nuclear Materials* **426** (2012) 182.
- [29] M. Serrano, M. Hernandez-Mayoral and A. Garcia-Junceda: *Journal of Nuclear Materials* **428** (2012) 103.
- [30] A. Garcia-Junceda, M. Hernandez-Mayoral and M. Serrano: *Materials Science and Engineering A* **556** (2012) 696.

第2章 ODS フェライト鋼の引張変形挙動

2.1 はじめに

本章では、700℃、800℃、900℃において結晶粒界の方向に対し平行方向と 45° 方向、垂直方向から引張った場合の高温引張での変形挙動を応力方向に着目して調べた。

2.2 実験方法

2.2.1 試料の作製

本研究で用いた材料は 15Cr-ODS フェライト鋼の丸棒である。化学組成を Table2-1 に示す。試料作製フローを Fig. 2-1 に示す。合金粉末とイットリア粉末をアトライタボールミルでメカニカルアロイング (Mechanical Alloying, MA) 処理を行なった。メカニカルアロイング後の粉末を軟鋼の中に入れて 400℃で脱ガスした後密封し 1150℃で熱間押出しによる丸棒への成型を行なった。その後 1150℃×1 時間の焼鈍処理を行なった。Fig. 2-2 に丸棒の TEM 写真を示す。丸棒の結晶粒径は、押出し方向に約 2μm、横方向に約 1μm である。形状は押出し方向に対して潰れたチューブ状に伸長した組織を有していることがわかる。更に、結晶粒内に数 nm の酸化物粒子が微細に分散していることがわかる (Fig. 2-2(e), (f))。丸棒から圧延方向が押出し方向と平行になるようにファインカッターで長さ 20mm×幅 20mm×厚さ 4 mmのサイズの板状の試験片を切断し、圧延率が 85%の冷間圧延を行なった。初期厚さは 4mm で最終的に 0.6 mm厚に冷間圧延した。試料の割れを防止するため 1 回のロールによる圧下を 0.05mm ずつで行なった (冷間圧延材) (Fig. 2-3(a))。その後、結晶粒粗大化を目的に 1150℃×1 時間の等温熱処理を施した (1150℃再結晶材) (Fig. 2-3(b))。冷間圧延材、

再結晶材の TEM を用いて観察した組織をそれぞれ Fig. 2-4、Fig. 2-5 に示す。冷間圧延材の結晶粒内には数 nm 前後の結晶粒が微細に分散している。画像解析式粒度分布測定ソフトウェアの Mac View で測定した結果、酸化物粒子の平均粒子径(円相当径)は約 13nm であった。黒い線で観察できる転位が粒界近傍、粒内ともに多数存在していることが確認された (Fig. 2-4)。1150℃再結晶材では冷間圧延材と比較して結晶粒が粗大化していることがわかる。Fig. 2-5 (b) から酸化物粒子は微細な状態を保っている。

Fig. 2-3 から結晶粒径は、冷間圧延材で圧延方向に 50 μm 、横方向に 1 μm 、縦横比のアスペクト比 50、1150℃再結晶材で圧延方向に 500 μm 、横方向に 250 μm 、縦横比のアスペクト比 2 となり、圧延方向に非常に伸長した結晶粒組織を有する試験片を作製した。

引張試験片はワイヤ放電加工機 (brother HS-300) を用いて、試験片に負荷される応力方向が圧延方向 (Rolling Direction, RD) に対して平行方向 (Longitudinal Direction, 以下 LD 材)、垂直方向 (Transverse Direction, 以下 TD 材)、45° 方向 (45° 材) になるように、板材の向きを変えて、試験片を切り出した。試験片の形状は Fig. 2-6 に示した形状であり、ゲージ部 (Gauge Length, GL) は、長さ 5mm×幅 1.2 mm×厚さ 0.5 mm のミニチュア試験片である。

引張試験は、Fig. 2-7 に示したような油圧式サーボパルサー (SHIMADZU 製 4830 形制御装置、1kN 試験力検出器 (ロードセル))、電気炉、治具を組み合わせた引張試験装置を用いて行なった [1]。試験片の固定には、Ni 基合金製の治具を用いた。治具と引張試験用の棒との固定は、直径 4mm の Si_3N_4 ピンを用いた。温度は 700℃、800℃および 900℃で行ない装置の下部から Ar ガスを 100ml/min でフローさせながら行なった。歪速度は $10^{-1}\text{s}^{-1}\sim 10^{-5}\text{s}^{-1}$ になるように制御装置のソフトウェア SERV0 CONTROLLER4830 で 0.00005 mm/s $\sim$ 0.5 mm/s (0.05 $\mu\text{m/s}\sim$ 500 $\mu\text{m/s}$)

に設定した。引張試験データの解析は制御装置付属の Data Viewer4830 を用いた。高温強度の評価として、荷重 P を変形前の試料の初期断面積 A_0 で割った値である公称応力の最大引張強さ $\sigma_{UTS}=P/A_0$ (Ultimate Tensile Strength, UTS) を用いて比較した。伸びについてはクロスヘッドの変位量 $(l-l_0)$ を試験前の GL 長さ l_0 で割った公称歪 ε ($\varepsilon=(l-l_0)/l_0$) を用いた。

結晶粒組織の観察については、試料を熱間樹脂に埋めた後、表面を #400～4000 エメリー研磨、 $1\mu\text{m}$ のダイヤモンドペースト、アルミナ (Al_2O_3) 研磨、コロイダルシリカ (SiO_2) 研磨の順で仕上げ、2 倍希釈した王水 (体積比 濃塩酸 HCl : 濃硝酸 HNO_3 =3:1) に 20 秒浸漬させて、Laser Tec 社レーザー顕微鏡を用いて観察を行なった。

試験後の引張試験片の破断部表面、破面の観察は電界放出型走査型電子顕微鏡 (日本電子製 JEOL JSM-6500F, Field Emission-Scanning Microscope, FE-SEM) を用いて行った。

Table. 2-1 15Cr-ODS フェライト鋼の化学組成

	Fe	Cr	Al	W	Ti	Zr	Y ₂ O ₃	Ex.O	C
wt.%	Bal.	15.41	3.8	1.9	0.12	0.32	0.26	0.10	0.026

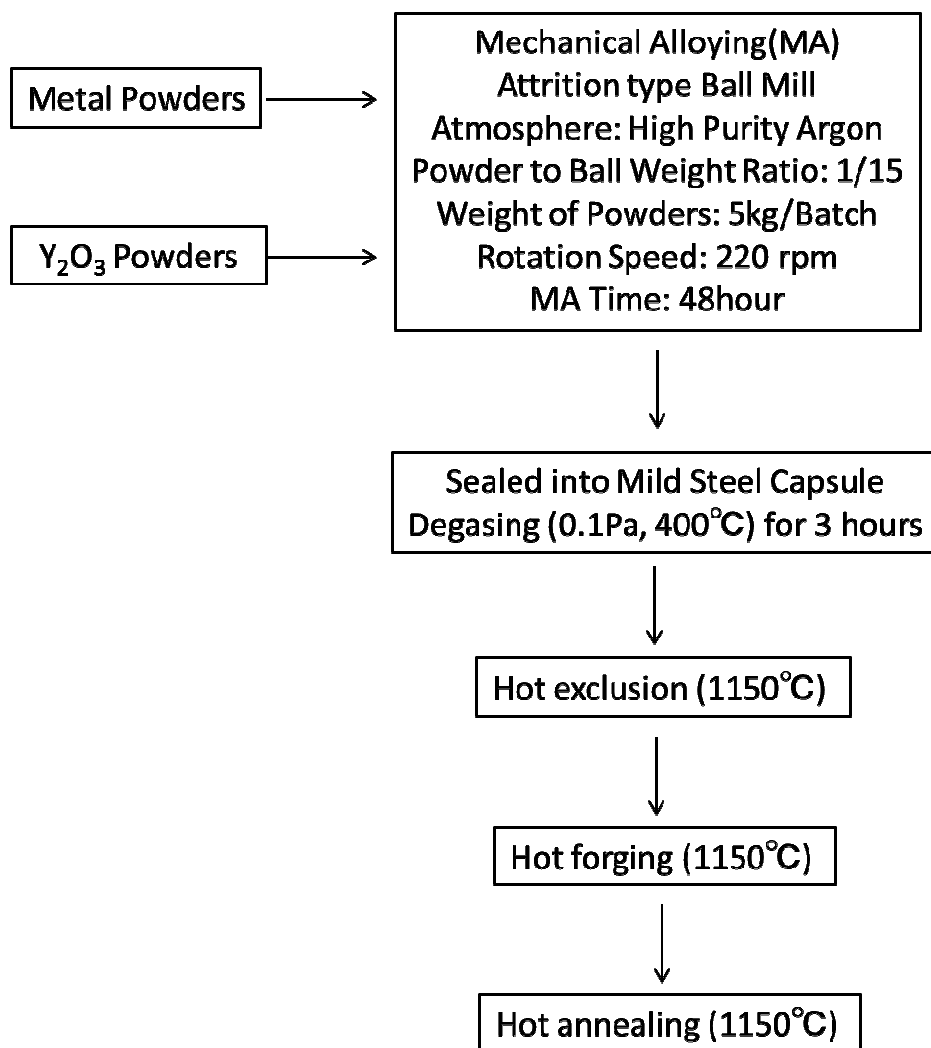


Fig. 2-1 15Cr-ODS フェライト鋼の製造過程

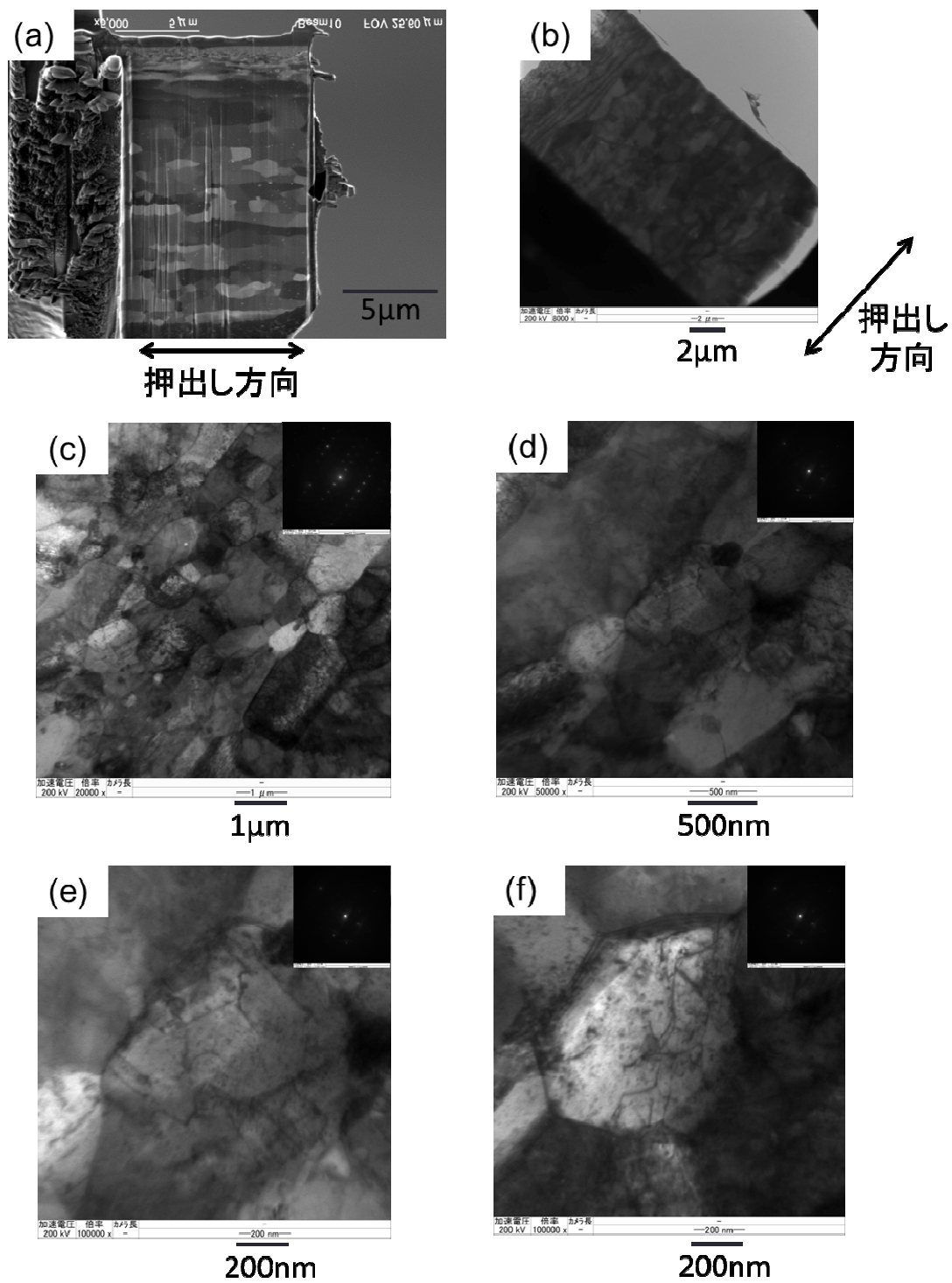


Fig. 2-2 ODS フェライト鋼の押出しまま材の組織写真
(a)FIB-SIM 像、(b)～(f)各倍率の TEM 写真

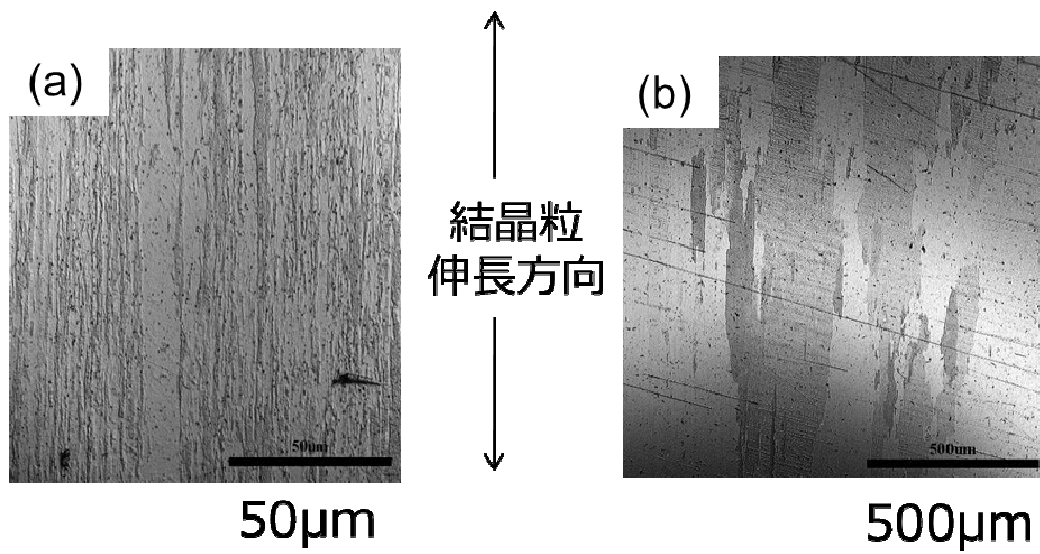


Fig. 2-3 ODS フェライト鋼のミクロ組織
(a) 冷間圧延組織、(b) 1150°C再結晶組織

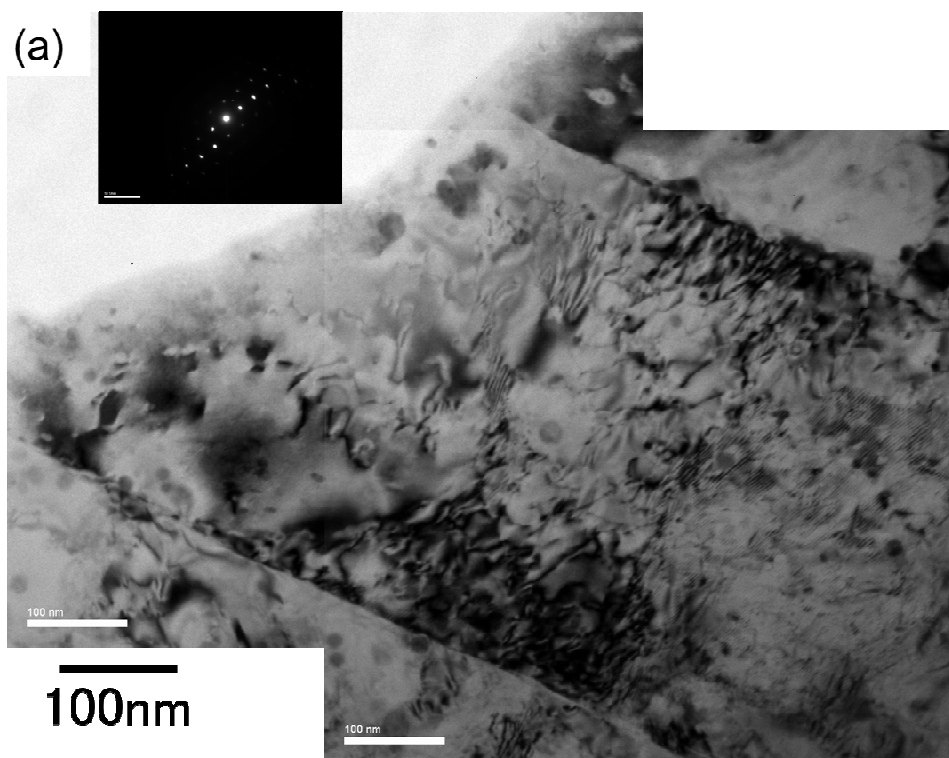


Fig. 2-4 ODS フェライト鋼の冷間圧延材の TEM 組織写真
(a)～(c)は各倍率の写真

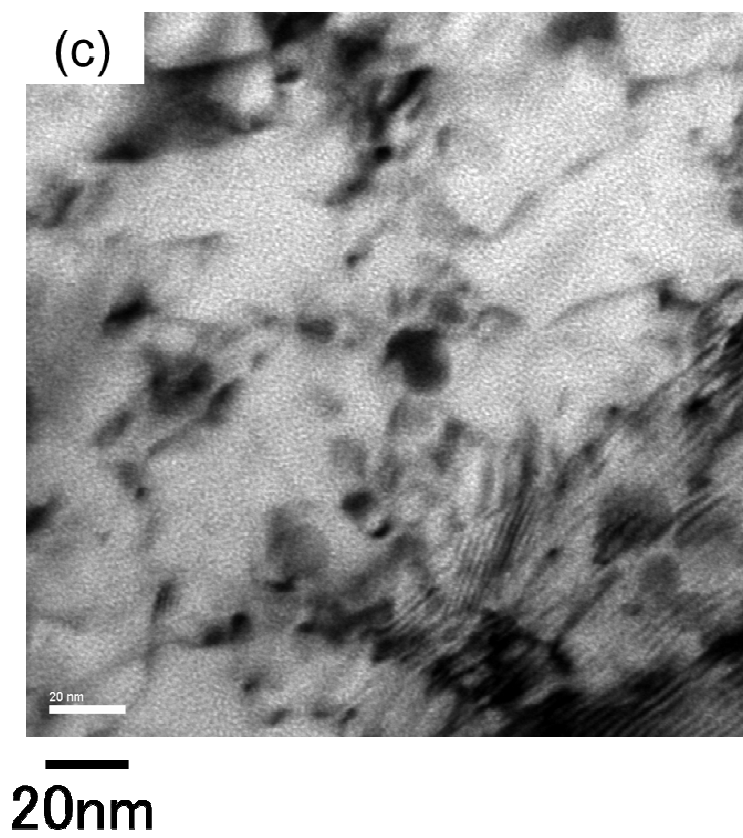
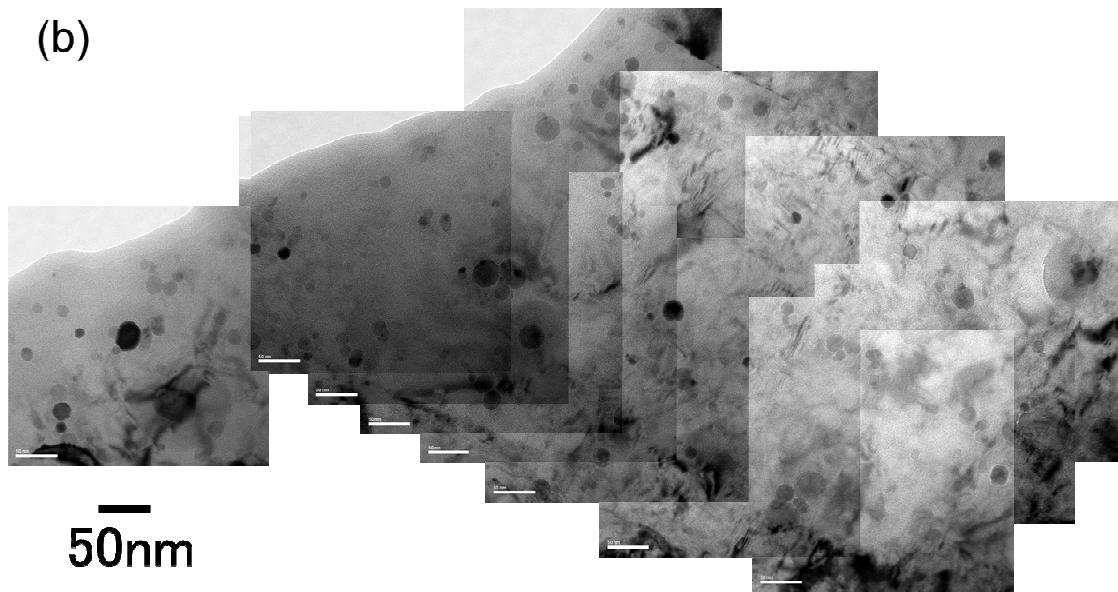


Fig. 2-4 前ページ続き

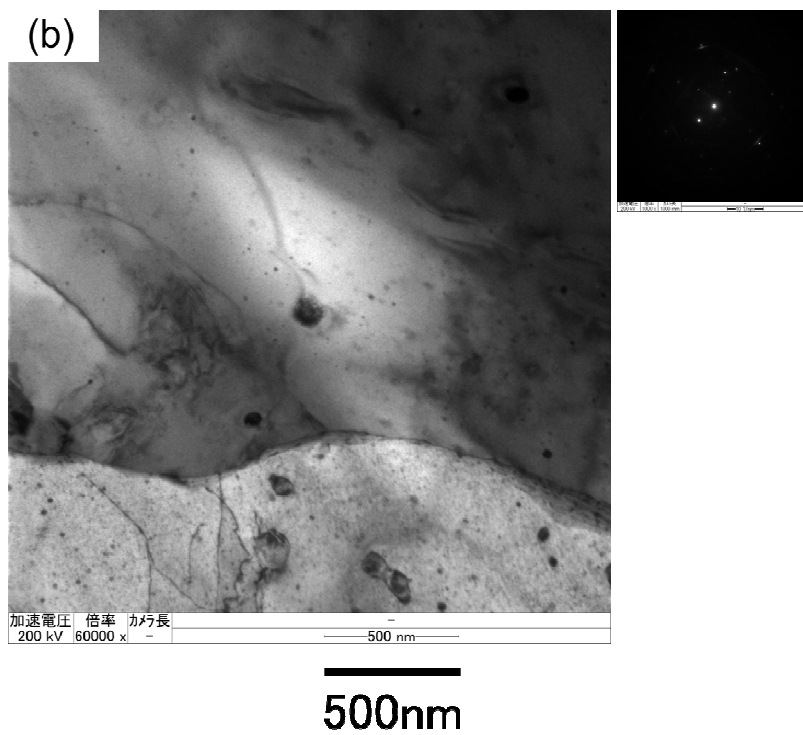
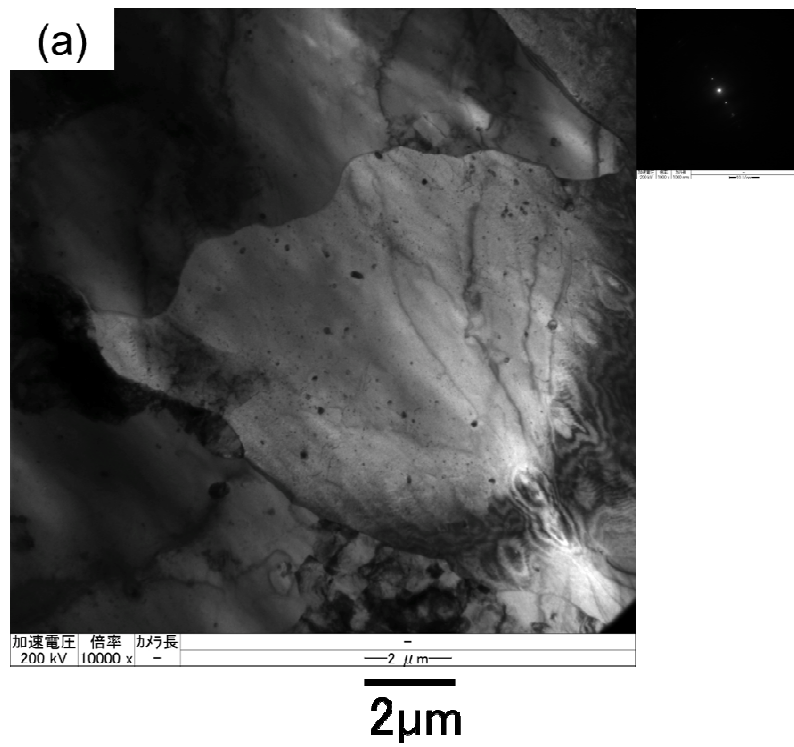


Fig. 2-5 ODS フェライト鋼の再結晶材(N 面)の組織写真
(a)～(b)各倍率の TEM 組織

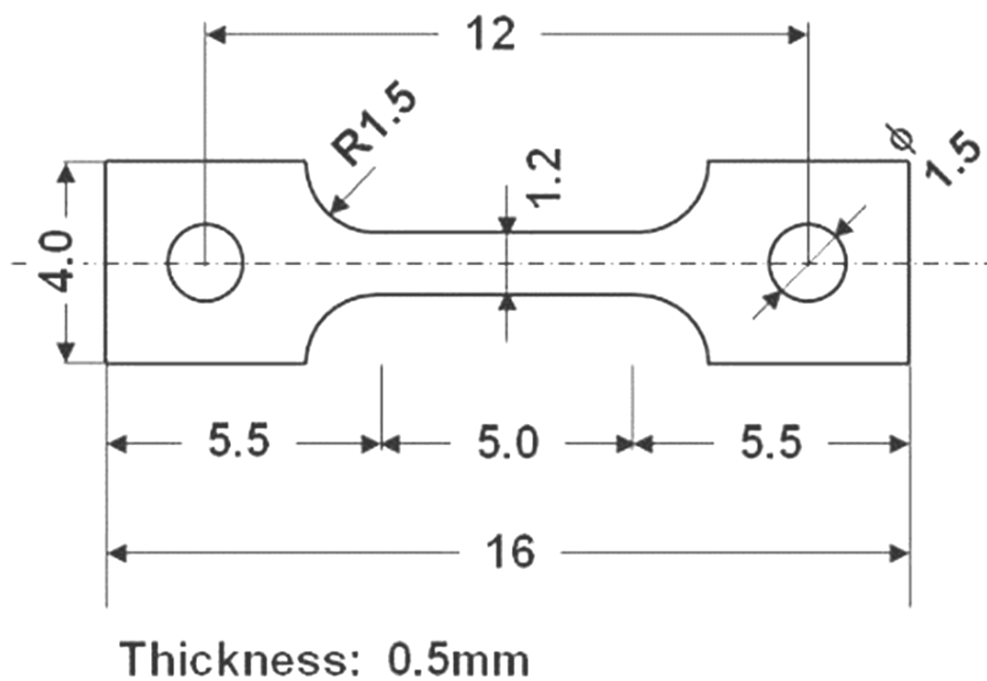


Fig. 2-6 ミニチュア試験片の寸法

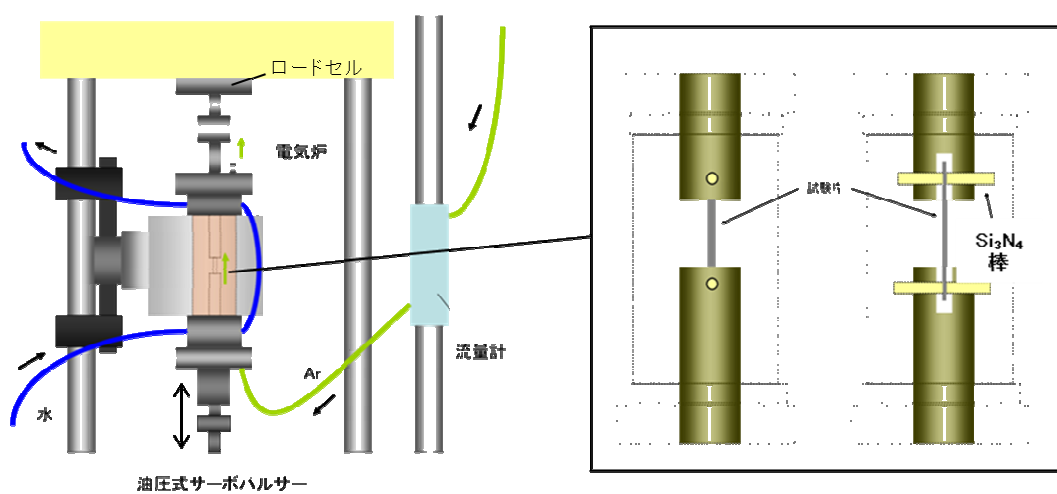


Fig. 2-7 引張試験機の概略図

2.2.2 結晶方位解析

結晶方位の特定と粒内変形の寄与を評価する目的で、FE-SEM (JEOL JSM-6500F)に取り付けられた結晶方位測定装置(TSL 社 OIM Data Collection4.5)を用いて、電子線後方散乱回折 (Electron Back Scatter Diffraction Patterns ,EBSD) 測定を行なった。これは、Fig. 2-8 に示すように試料を 70° 傾斜させて kikuchi 線を CCD カメラに投射させて測定するものである。EBSD 測定は最小 $0.2\mu\text{m}$ のサブミクロンオーダー (FE-SEM の場合) の空間分解能を有しており、測定領域のデータ処理により、個々の結晶粒内の方位差を短時間に取得可能である [2]。EBSD 測定用の試料は、#400~4000 エメリー研磨、 $1\mu\text{m}$ のダイヤモンドペースト、アルミナ (Al_2O_3) 研磨、コロイダルシリカ (SiO_2) 研磨の順で仕上げた。

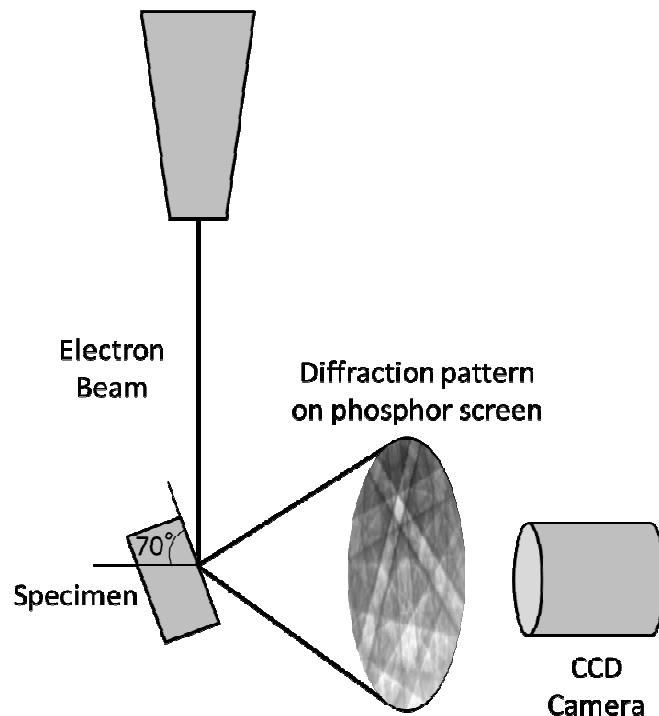


Fig. 2-8 EBSD 測定の概略図

データ解析には TSL 社 OIM Analysis ver.4.0, ver6.0 を用いて、逆極点図 (Inverse pole figure, IPF map)、極点図 (Pole figure, PF)、結晶方位分布関数 (orientation determination function, ODF) の各 map を得た。冷間圧延材、800℃1 時間焼きなまし材と再結晶材の (a) 法線方向 (Normal direction, ND) に垂直な面 (N 面)、(b) 圧延方向 (Rolling direction, RD) に垂直な面 (R 面)、(c) 横方向 (Transverse direction, TD) に垂直な面 (T 面) を EBSD 測定した結果をそれぞれ Fig. 2-9、Fig. 2-10、Fig. 2-11 に示す。Fig. 2-9(b) から冷間圧延材の結晶粒の形状は扁平な円板が伸びた組織を有することがわかる。Fig. 2-3(a) で示したエッチングして粒界を出現させて撮影した組織写真と対応させると、結晶粒内に色の濃淡のグラデーションが付いており、粒内で 5° 以下の方位差があることを示している。IF、ODF map から結晶方位は {111} 面と {100} 面があり、方向は $\langle 110 \rangle$ である。冷間圧延材が 800℃での引張試験中に生じると予想される組織変化を見るために EBSD 測定した 800℃1 時間の等温焼きなまし材 (Fig. 2-10) と Fig. 2-9 の冷間圧延材の結晶粒組織を比較して、結晶粒径、結晶方位ともに大きな変化は認められない。このことから 800℃は再結晶温度以下であることがわかり、変形前後の組織の変化から 800℃の等温焼きなましの影響を除去することが可能であると判断できる。Fig. 2-11 から 1150℃再結晶材の結晶粒の形状は、冷間圧延材と比較して粗大になっているが、扁平な円柱状の伸長組織を有する。結晶方位は {111} 面、 $\langle 110 \rangle$ 方向である。

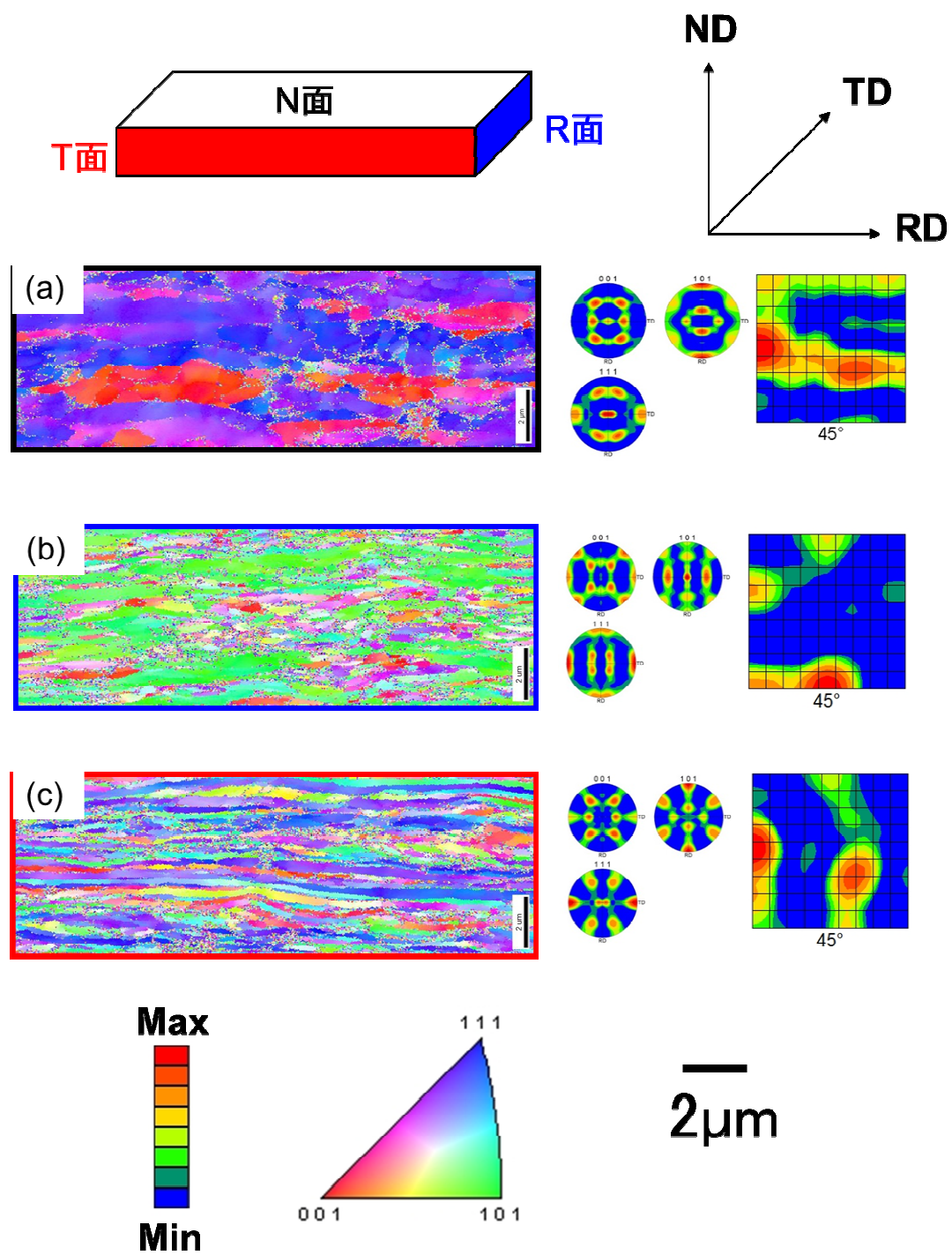


Fig. 2-9 冷間圧延材の各面から測定した EBSD-IPF map, PF, ODF map
(a)N 面、(b)R 面、(c)T 面

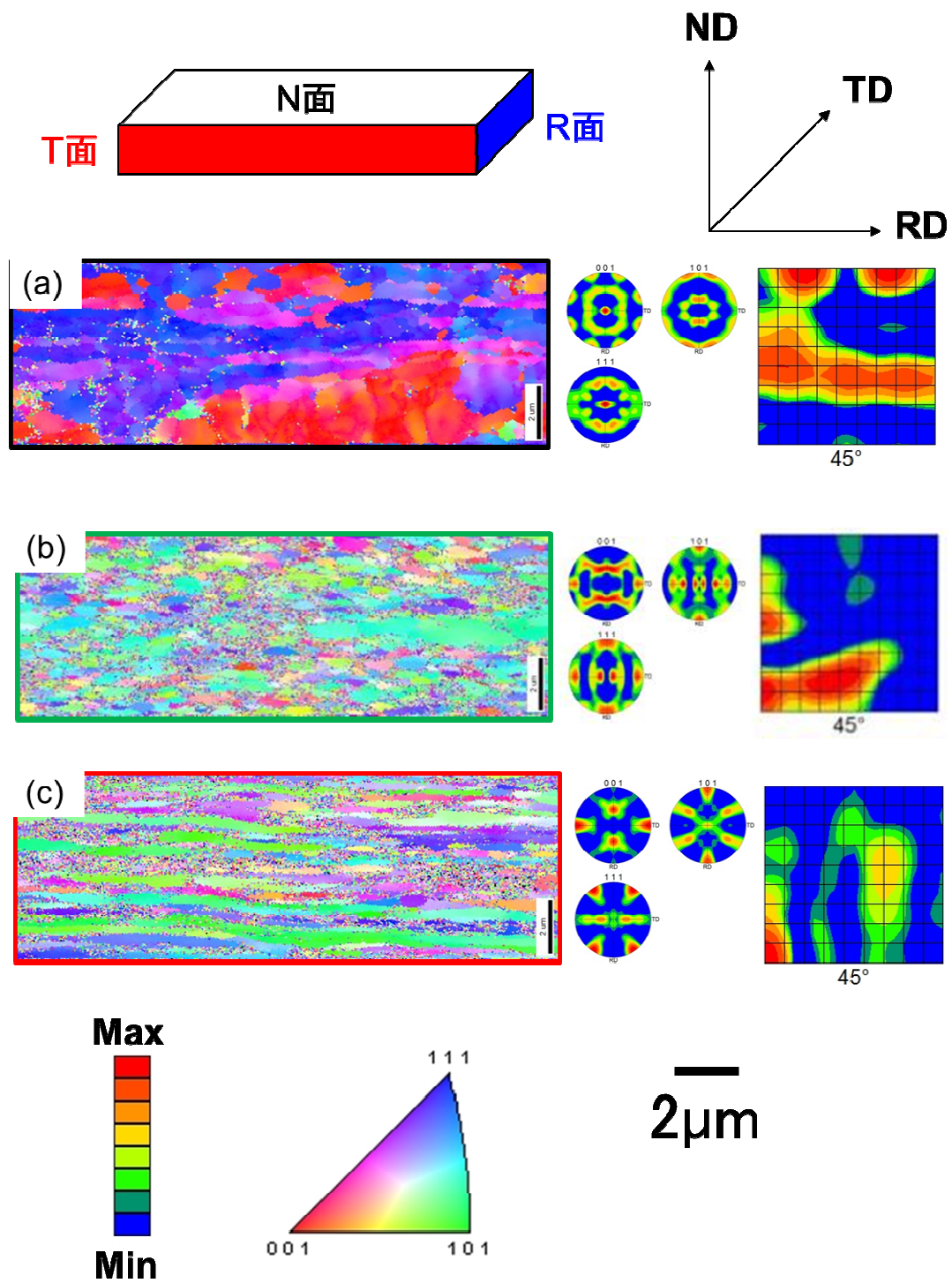


Fig.2-10 800°C焼きなまし材の各面から測定した EBSD-IPF map, PF, ODF map (a)N 面、(b)R 面、(c)T 面

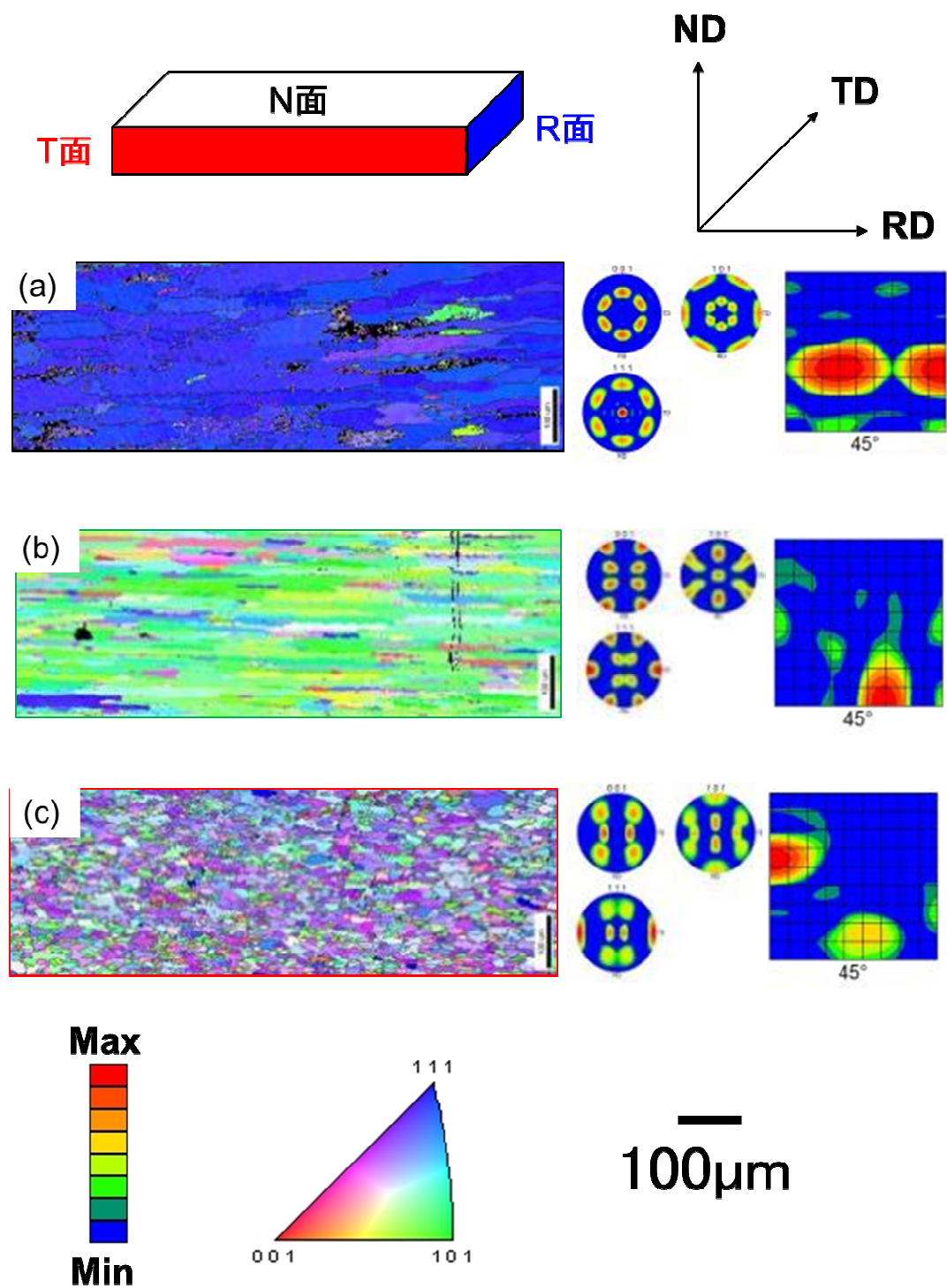


Fig. 2-11 1150°C再結晶材の各面から測定した EBSD-IPF map, PF, ODF map (a)N 面、(b)R 面、(c)T 面

塑性変形を定量的に評価する微小回転角のパラメータとして Kernel Average Misorientation (以下、KAM) がある [2-5]。ここで KAM とは、個々の測定点における周りとの方位差の平均値である。Fig. 2-12 において、中央の測定点 (4) の周囲の 6 点の中で、境界が粒界とみなせる方位差が 5° 以上の測定点 (1) と (3) は結晶粒外の点として除外する ($\alpha_{1,4}$ と $\alpha_{3,4}$ を除き) と、中央点に与えられる KAM 値は (2.1) 式となる。

$$KAM = \frac{\alpha_{2,4} + \alpha_{5,4} + \alpha_{6,4} + \alpha_{7,4}}{4} \quad (2.1)$$

ここで、 $\alpha_{i,j}$ は、測定点 i と j の方位差である。木村らは原子力用熱間圧延オーステナイト系ステンレス鋼 (SUS316NG) の完全焼鈍材において、KAM 値は塑性変形量と直線関係があることを指摘している [6]。本研究では、結晶粒内の平均の方位差である KAM 値を求め、結晶粒内の塑性変形量を定量的に算出した。

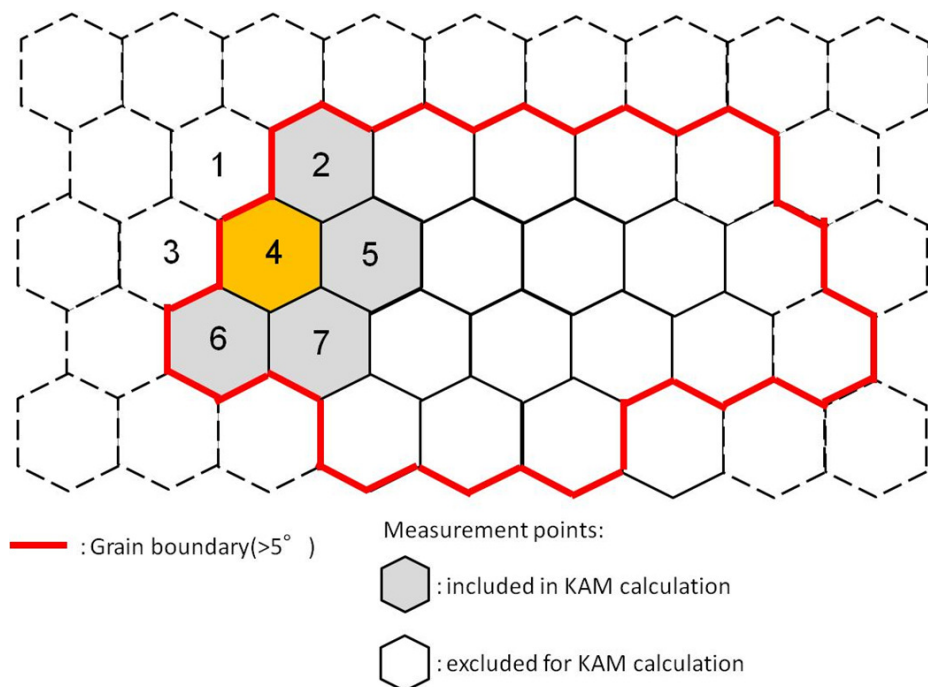


Fig. 2-12 KAM 測定の概略図

2.3 実験結果

Fig. 2-13 は、冷間圧延材を 700°C でひずみ速度 10^{-4} s^{-1} の条件で引張試験を行なって得られた応力-ひずみ曲線である。最大引張強さ σ_{UTS} は LD 材で 210MPa、TD 材、 45° 材で 100MPa であり、結晶粒の方向で強度、延性が異なる強度異方性があることが明確にわかる。特に TD 材の伸びについては 60%以上であった。LD 材、TD 材の破断した試験片の表面を光学顕微鏡で観察した写真を Fig. 2-14 に示す。特徴として、LD 材は破面近傍で局所的に絞りが生じた後、破断に至ったが、TD 材の場合、LD 材と比較して応力に対して垂直方向に粒界が分布していることから全体で均一に伸びが生じた結果、60%以上という大きな伸びになったと考えられる。

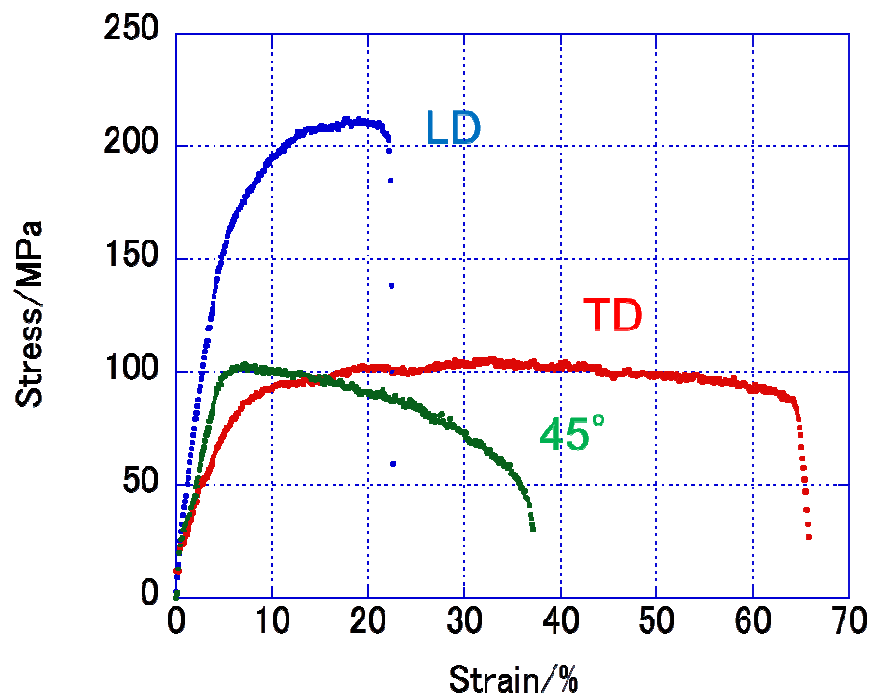


Fig. 2-13 冷間圧延材 ODS フェライト鋼の応力-ひずみ曲線
(700°C , ひずみ速度 10^{-4} s^{-1})

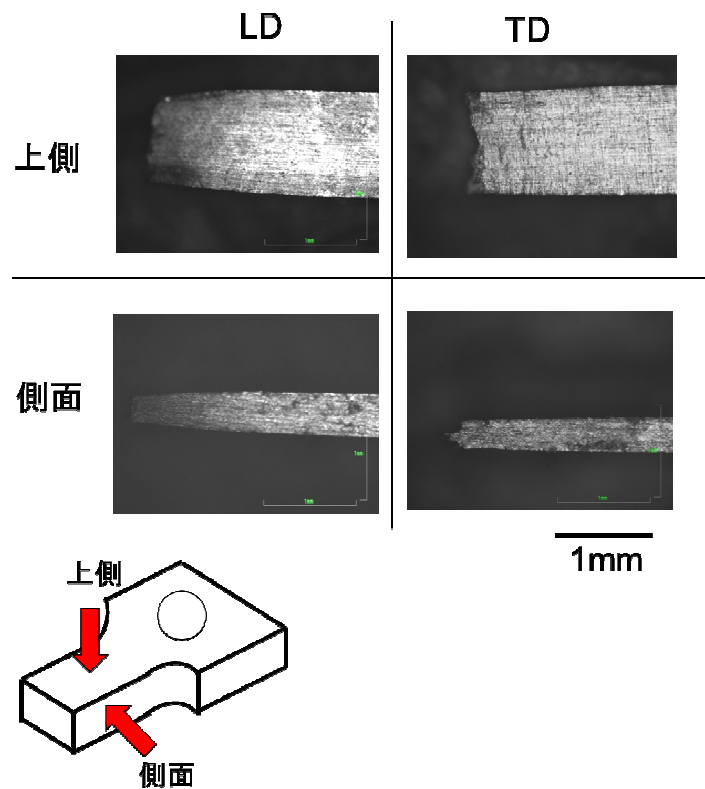


Fig. 2-14 冷間圧延材 ODS フェライト鋼の LD 材、TD 材の断面組織（700℃, ひずみ速度 10^{-4} s^{-1} ）

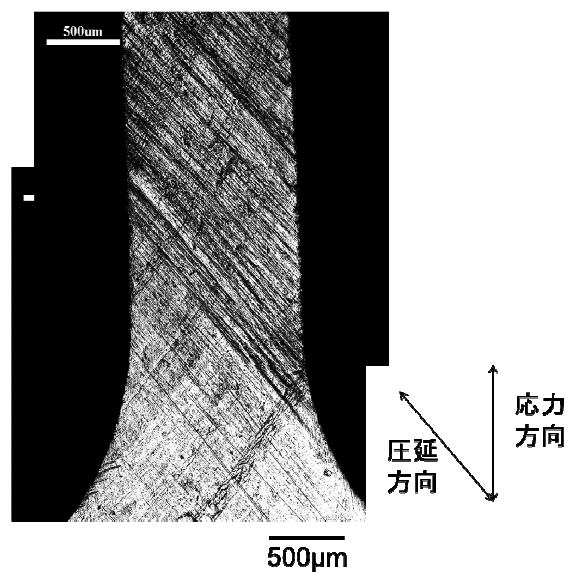


Fig. 2-15 冷間圧延材 ODS フェライト鋼の 45° 材の断面組織（700℃, ひずみ速度 10^{-4} s^{-1} ）

45° 材のゲージ部表面の SEM 写真を Fig. 2-15 に示す。結晶粒方向に垂直方向に細かな線が観察され、これは冷間圧延時に試料に導入された再結晶粒のサイトとなるせん断帯が表れたと推察される。

一方、結晶粒粗大化した 1150℃再結晶材について、700℃でひずみ速度 10^{-4} s^{-1} の条件で行なった LD 材、TD 材、45° 材の引張試験結果を Fig. 2-16 に示す。Fig. 2-13 で行なった冷間圧延材の 700℃での最大引張強さ σ_{UTS} と比べて、LD 材はほぼ変わらないが、TD 材、45° 材は LD 材と同程度の応力を有しており、伸びが 3 つの方向の試料ともに 20% 前後であることがわかる。

この結果について考えると、ゲージ部に分布する応力方向に垂直な粒界の数は、Fig. 2-3 から圧延方向に対して平行方向と垂直方向の場合で比較すると、冷間圧延材の LD 材で $5000\mu\text{m} (5 \text{ mm}) / 50\mu\text{m} = 100$ か所、冷間圧延材の TD 材では少

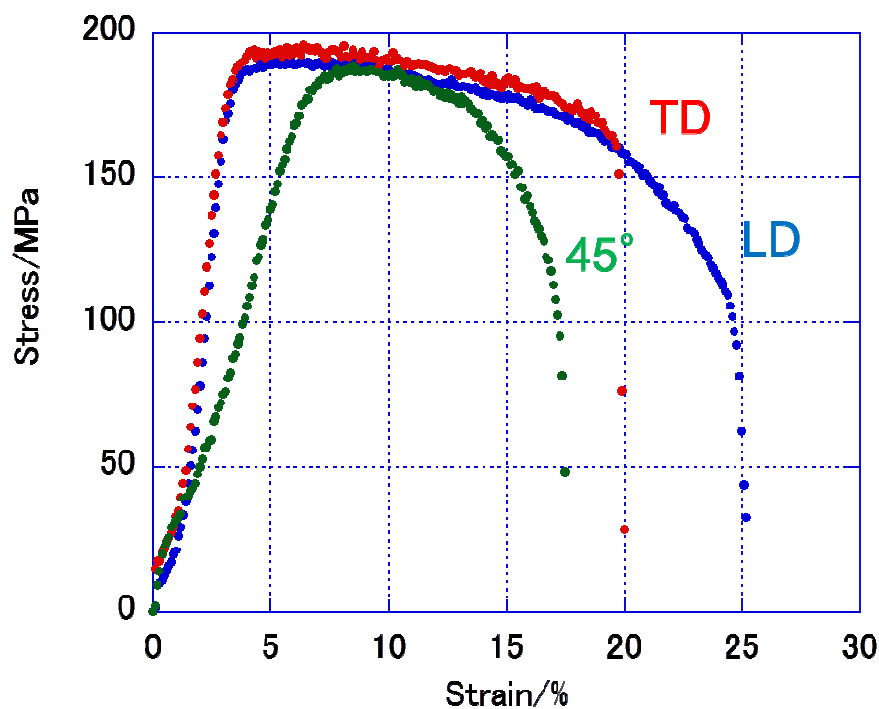


Fig. 2-16 再結晶 ODS フェライト鋼の応力-ひずみ曲線
(700℃, ひずみ速度 10^{-4} s^{-1})

なくとも $5000\mu\text{m}(5\text{ mm}) / 1\mu\text{m} = 5000$ か所である。単純に TD 材の方が、応力方向に垂直な粒界が 50 倍存在することになる。一方、再結晶材の LD 材で $5000\mu\text{m}(5\text{ mm}) / 500\mu\text{m} = 10$ か所、再結晶材の TD 材では $5000\mu\text{m}(5\text{ mm}) / 250\mu\text{m} = 20$ か所であり、冷間圧延材の場合と比較して、応力方向に垂直な粒界の数が少ない。再結晶することにより結晶粒径が大きくなった結果、冷間圧延材と比較して粒界での変形の影響が出にくくなったためと考えられる。

Fig. 2-17 は、 800°C でひずみ速度 10^{-4} s^{-1} の条件での引張試験で得られた応力-ひずみ曲線である。引張試験後の試験片つき合わせ測定で得られた破断伸びは LD 材で 9.2%、 45° 材で 11.6% である。全体的に 45° の方が引張強さは低く伸びが大きく、粒界変形の起こりやすさを反映しているように思われる。引張強さに到達した後、破断に至るまでの不均一変形量は LD 材で約 3%、 45° 材で約 1% と見積もられる。Fig. 2-18 は、LD 材と 45° 材の破断部近傍の SEM 写真である。LD では応力軸と結晶粒方向が平行であり、これに対し 45° の方向で破断している。一方、 45° では完全に粒界に沿った破断であることがわかる。そこで 45° 材について、結晶粒界部の表面高倍率 SEM 写真を Fig. 2-19 に示す。粒界全体にわたって細かな段差が生じており、その拡大写真から段差の端にはクラックが生じていることが分かる。このようなセレーション模様は組織変化そのものであり、粒界すべりが発生しているように見える（罫書き線は入れていない。これは表面で生じる現象として、以下、粒界での変形とする。粒界すべりで変形しているかについての議論は第 5 章で行なうこととする。）

類似の粒界での変形の形態は、渡辺により Fe-0.8at%Sn の 700°C でのクリープ破断材で認められている [7]。 45° 方向に結晶粒が分布していることから Fig. 2-3(b) の再結晶材の組織写真から応力方向（ここでは 45° 方向）に対して結晶粒の幅は $20\mu\text{m}$ であり、ゲージ長 (5mm) に存在する結晶粒の個数は 250 個と

なる。粒界部での変形によるセレーションはゲージ部全域で同様に認められ、それぞれの幅をおよそ $2\mu\text{m}$ にとると、粒界での変形は10%程度と見積もられる。

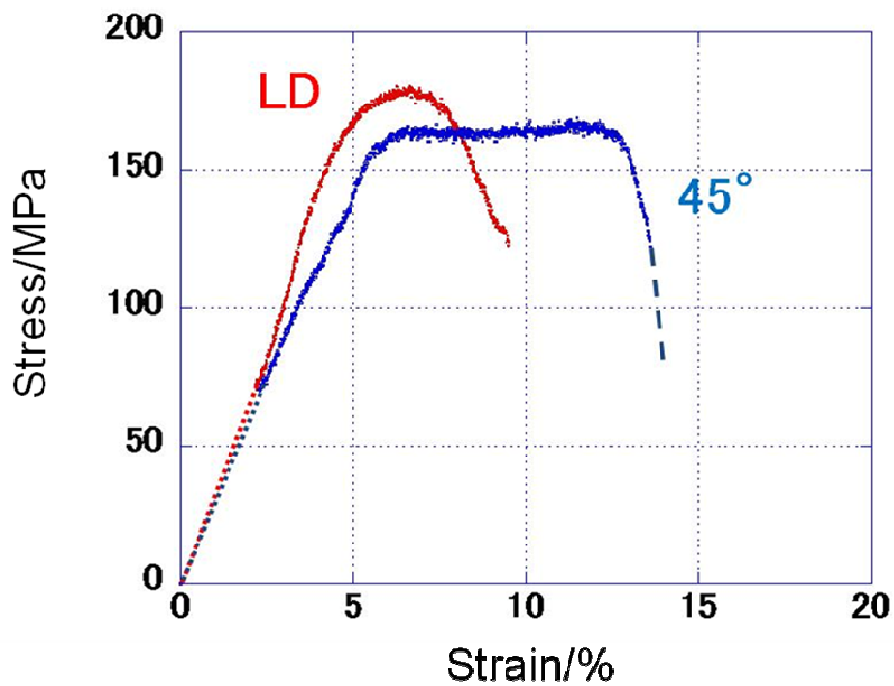


Fig. 2-17 再結晶 ODS フェライト鋼の応力-ひずみ曲線
(800°C, ひずみ速度 10^{-4} s^{-1})

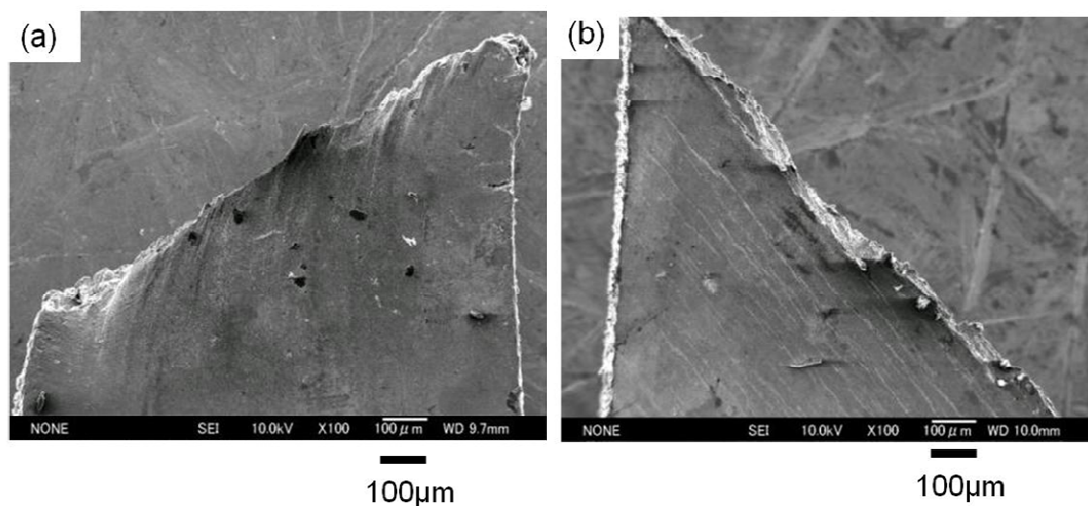


Fig. 2-18 再結晶 ODS フェライト鋼 (a)LD 材、(b)45 材の引張
試験後の破断部 SEM 写真 (800°C, ひずみ速度 10^{-4} s^{-1})

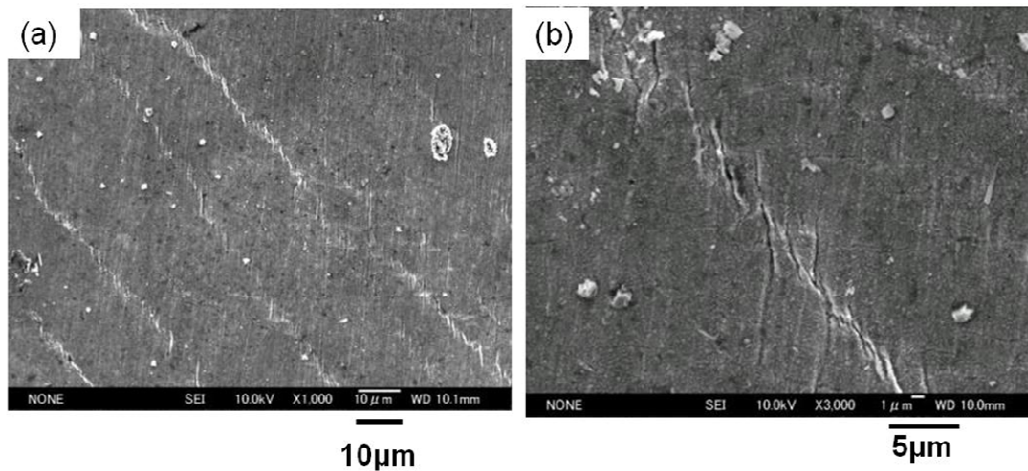


Fig. 2-19 再結晶 ODS フェライト鋼 45° 材の引張試験後の
試料表面の組織写真 (800°C, ひずみ速度 10^{-4} s^{-1})
(a) 全体図、(b) 粒界近傍の拡大図

2.4 考察

Fig. 2-20 は、引張試験前後の EBSD 測定で得られた逆極点図である。左が引張試験前、右の 2 つが引張試験後の LD 材と 45° 材である。引張試験後のいずれの逆極点図においても、応力軸方向に結晶粒が延ばされた組織になっている。破断面付近で特に結晶粒が細かくなっており、その部分で結晶粒が回転していることがうかがえる。そこで結晶方位測定装置の解析ソフト (TSL 社 OIM Analysis ver. 4.0) を用いて、ゲージ部全域の平均的な KAM 値を計算した結果、再結晶材で 0.45° 、引張試験後に LD 材で 0.77° 、45° 材で 0.69° であり、粒内での平均方位差は LD 材で 0.32° 、45° 材で 0.24° 増加していることが判明した (Fig. 2-21)。このように求められた方位差から、以下の方法により、粒内変形量を導出した。

各々の結晶粒が塑性変形すると、すべり方向がそれぞれの結晶粒で異なるため

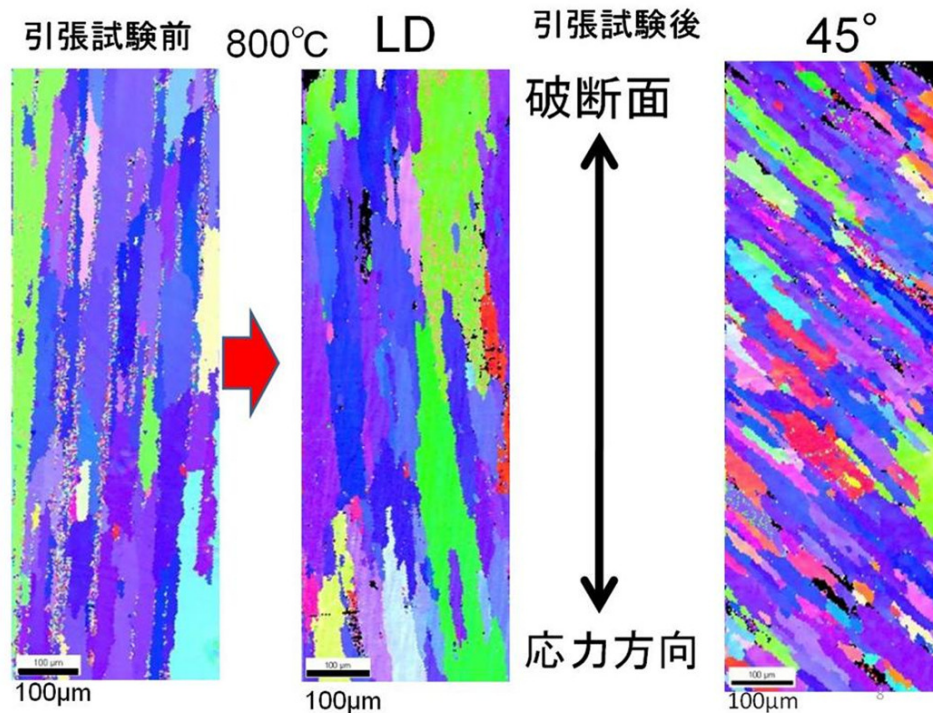


Fig. 2-20 再結晶 ODS フェライト鋼の引張試験前後の EBSD 測定で得られた逆極点図

自由に変形できず、周りの結晶粒からの拘束を受ける。その結果生じる粒内の結晶方位差 (θ_{rad}) は、バーガースベクトル (b)、転位間距離 (l) を用いて Read の式 (式 (2.2)) で表わされる [8]。

$$\theta_{rad} = \frac{b}{l} \quad (2.2)$$

Fig. 2-22 に示す簡略化したモデルから、結晶粒径 (D) は以下の式で表すことができる。

$$D = n \cdot l \quad (2.3)$$

ここで、 n は転位の個数、 l は転位間の距離である。

Ashby [8] の式を用いると転位密度 (ρ_g) と歪 (ϵ) は、式 (2.4) で表すことがで

きる。

$$\rho_g = \frac{n}{D^2} \approx \frac{\varepsilon}{4bD} \quad (2.4)$$

(2.2) ~ (2.4) から、歪 (ε) と結晶方位差 (θ rad) を直接関連付けることができる。

$$\varepsilon = 4\theta_{rad} \quad (2.5)$$

引張試験により LD 材で 0.32° 、 45° 材で 0.24° だけ回転したことから、 θ_{rad} にそれぞれの値を代入すると、粒内変形量が LD 材で 2.2%、 45° 材で 1.7% となる。

ODS フェライト鋼の高温変形は、粒界での変形、粒内回転による粒内変形、及びネッキングやクラック形成などの不均一変形から構成されているとして、以上述べた解析結果に基づき、それぞれの寄与量を整理した結果を Fig. 2-23 に示す。 800°C で $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の歪速度で引張った時の破断後の変形量を突き合わせから求めると LD 材で 9%、 45° 材で 12% であった。 45° 材については、粒内変形 2%、不均一変形 1% であるから、全変形量 12% からこれらを差し引くと、粒界での変形量は 9% となる。この値はセレーション幅から推定した値 10% に近い。これらの結果から、 45° 材は LD 材より 2 倍近く粒界で変形していることとなり、これは結晶粒方向に対して 45° 方向が最も粒界で変形が生じやすいことと対応している。さらに ODS フェライト鋼はイットリアなどの酸化物粒子により粒内強化されているということから考えても、高温変形は粒界での変形が主体であることが確認された。

Fig. 2-21 は、 800°C で 10^{-4}s^{-1} の歪速度で引張った 45° 材の EBSD 測定の IPF と測定場所を観察した SEM 写真である。図中の①と②で囲った所を解析した結果、 $\Sigma 3$ 粒界と $\Sigma 7$ 粒界であることが判明した。このことから、これまでランダム粒界ですべり変形が生じるとされていたが、対応粒界でもすべり変形が生じると

いう寺田[10]らの結果に合い、これと serration 模様が形成されたことから、 45° 材の変形プロセスは対応粒界と転位の相互作用で生じていることが推察される。この点については、Fig. 2-16 を詳細に見ると serration 模様とは、粒界近傍で生じた亀裂の集合体で構成されていることがわかる。従って、これまで述べてきた粒界での変形というのは単純な粒界のすべり変形ではなく、粒界近傍での局所変形、クラックによる応力解放に伴う変形とすることができる。

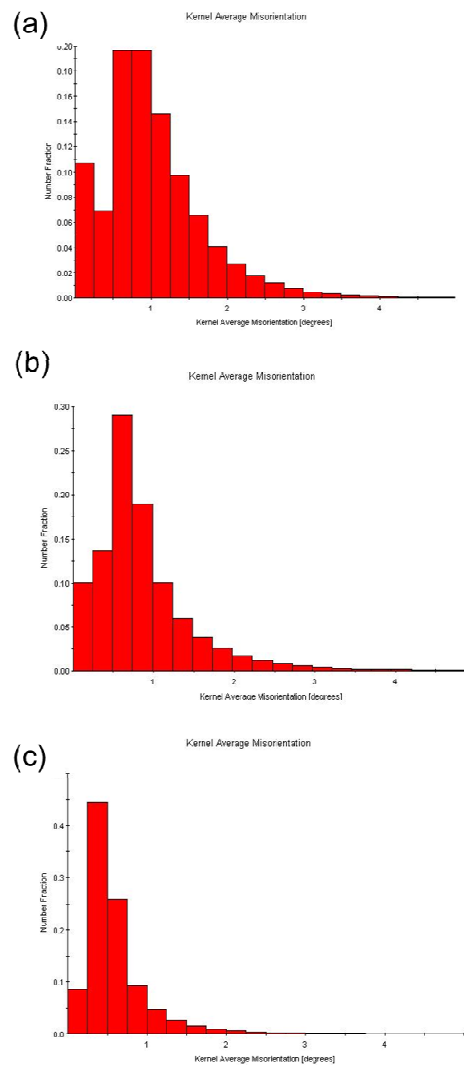


Fig. 2-21 再結晶 ODS フェライト鋼の引張試験前後の EBSD 測定で得られた KAM 図
(a) 1150°C 再結晶材と、引張試験後の (b) LD 材、(c) 45° 材

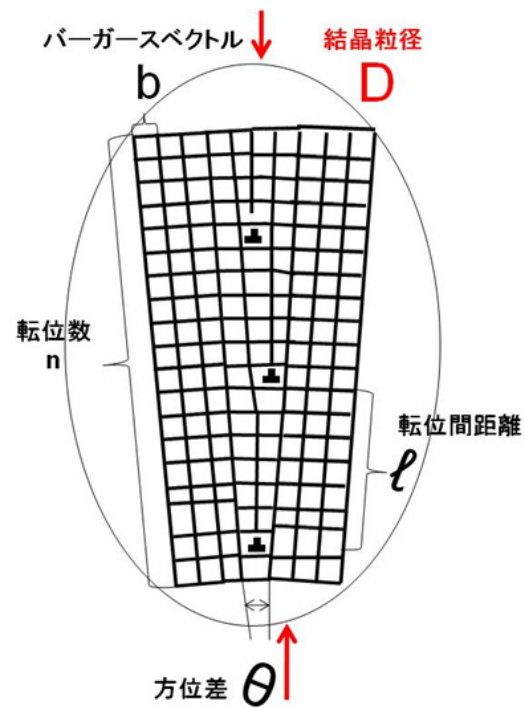


Fig. 2-22 結晶方位差と転位配列の関係

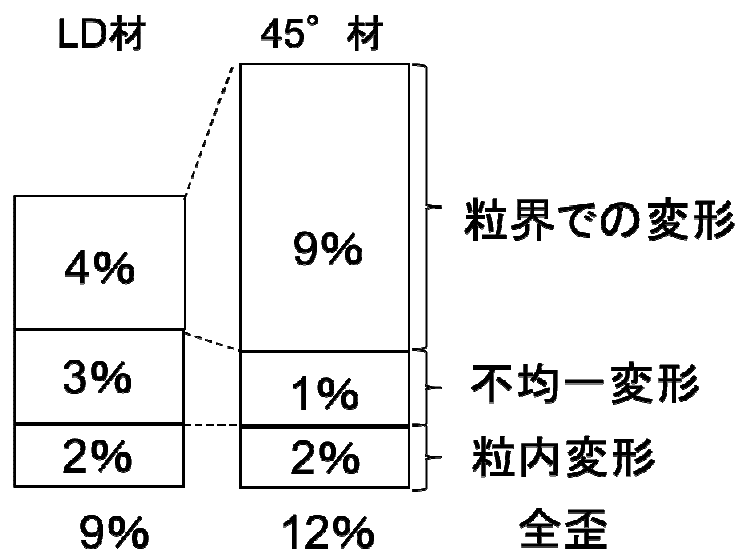


Fig. 2-23 ODS フェライト鋼の高温変形寄与の割合 (800°C)

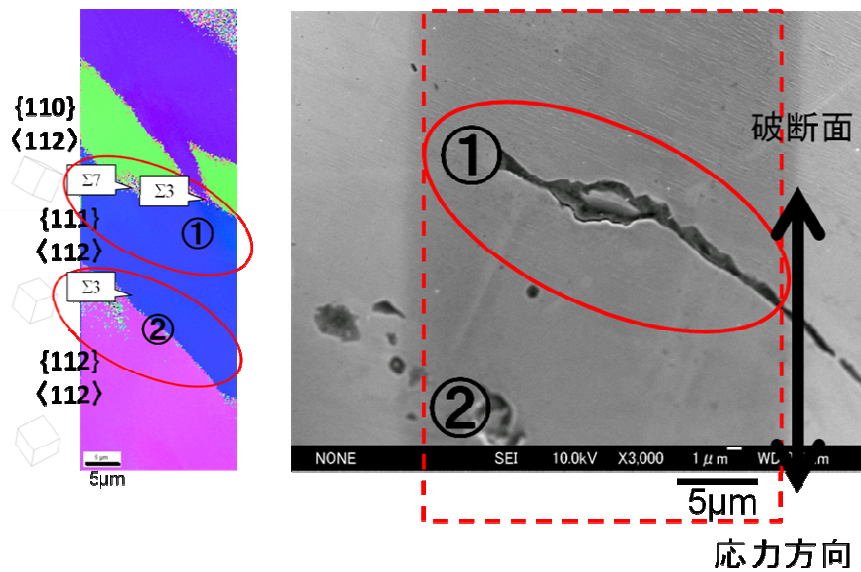


Fig. 2-24 800°C 歪速度 10^{-4}s^{-1} 45° 材の表面の逆極点図 (IPF) と EBSD 測定箇所の SEM 写真

2.5 まとめ

冷間圧延材、再結晶 ODS フェライト鋼について、700°Cと 800°C、歪速度 10^{-4}s^{-1} の条件で引張試験を行なった。新たに得られた知見は、以下の通りである。

(1) 引張試験後、結晶粒界で明瞭なセレーション模様が観察され、粒界部で局所変形が起こっていることが明らかになった。引張試験前後で 45° 材と LD 材ともに、粒内回転量は約 0.3° であり、粒内変形量にすると約 2% の変形が生じていた。これに対し、セレーションにより引き起こされた粒界近傍の局所変形量は 45° 材で 9%、LD 材で 4% となり、再結晶 ODS フェライト鋼の高温変形は粒界変形主体であることが定量的に確認された。

(2) 45° 材において、対応粒界で変形が起こっていることが EBSD の結晶方位解析から明らかになった。これは、粒界近傍での局所変形が粒界エネルギーの低い対応粒界でも生じていることを示唆するものである。

参考文献

- [1] 星野堅、平成 20 年度北海道大学修士論文(2009)
- [2] 木村英彦, 王昀, 秋庭義明, 田中啓介: 日本機械学会論文集 (A 編), **71** (2005)1722
- [3] 美野和明: 鉄と鋼, **75** (1989)1580
- [4] 釜谷昌幸: 日本機械学会論文集 (A 編), **74** (2008)315
- [5] C.Fukuoka, K.Morishima, H.Yoshizawa, K.Mino: *Scr. Mater.*, **46** (2002)61
- [6] F.J.Humphreys, M. Hatherly 著、小菅張弓訳: 再結晶と金属組織の制御 – ナノ・ミクロレベルの基礎から実用技術まで, 静岡新聞社 (2005) p75-76
- [7] T.Watanabe : *Mater. Sci. Eng.*, **A166** (1993) 11
- [8] Read WT, Shockley W : *Phys Rev.*, **78** (1950).275
- [9] M.F.Ashby : *Phil. Mag.*, **21** (1970).pp399-424
- [10] 寺田大將, 小弥徹平, 吉田冬樹, 中島英治, 阿部弘, 鵜飼重治, : CAMP-ISIJ, **15**(2002) 424-427

第3章 ODS フェライト鋼のクリープ変形挙動

3.1 はじめに

前章では ODS フェライト鋼の冷間圧延材と再結晶材について、結晶粒界に対し平行方向、垂直方向と 45° 方向の高温引張試験を行ない、調査した。45° 材において表面に serration 状の痕跡を確認するとともに、EBSD（電子線後方散乱回折）解析から粒界変形量と粒内変形量を定量的に評価した。

本章では、より粒界すべりが起こりやすい低歪速度でのクリープ試験を実施し、粒界部での変形機構に検討した。

3.2 実験方法

材料は 2.1 実験方法 で記載した ODS フェライト鋼を用いた。試験片は 85% 冷間圧延後に 1150°C で再結晶粗大化させた板材から採取した (Fig. 2-6)。クリープ試験の条件は、温度が 800°C、応力が 80~120MPa であり、最小ひずみ速度は 10^{-5} ~ 10^{-7}s^{-1} である。LD 方向と 45° 方向でクリープ試験を行なった。

Fig. 3-1 に本研究で用いたクリープ試験装置の模式図を示す [1]。炉は可動式の電気炉を用い、試験温度は熱電対を試料近傍に固定して測定し、歪の計測はレーザー変位計を用いて 1 秒間隔で記録した。クリープ試験後に試験片のつきあわせにより破断歪を測定した。破断した試料の破面、破断部近傍の表面を SEM 観察するとともに、表面組織に粒界が 45° 方向に分布している所を集束イオンビーム (Focused Ion Beam, FIB) で掘削して、応力方向に平行面と垂直面を観察した。

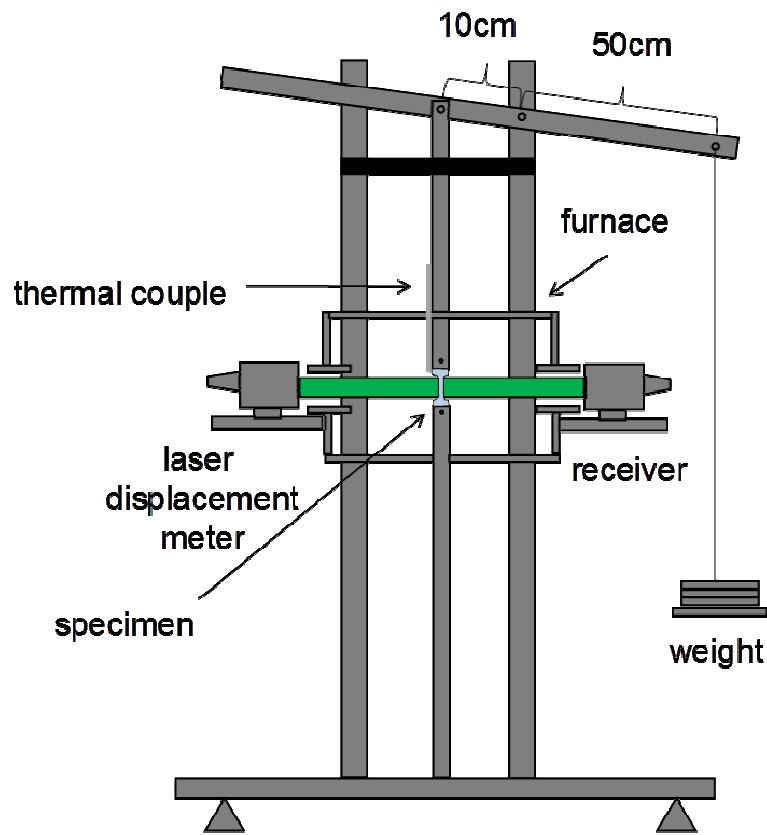


Fig3-1 クリープ試験装置[1]

3.3 実験結果

Fig. 3-2 に 45° 材、100MPa と LD 材、125MPa で行なった 800℃でのクリープ曲線を示す。45° 材では、破断時間 4.5 時間、歪 26.4%、最小歪速度 $2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ であった。通常の耐熱鋼では負荷開始から歪速度がゆるやかに減少し、最小歪速度になった後、加速クリープを経て破断に至る。これに対して ODS フェライト鋼では明瞭な加速クリープ域が無く破断に至る特徴がある。また応力負荷直後にスラップ状の歪が計測されている。これは可動転位の移動もしくは粒界部の変形によるものと考えられる。800℃、125MPa で行なった LD 材では、破断時間 10.3 時間、歪 20.0%、最小歪速度 $1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ であった。全体的な特徴は 45°

材と同様である。LD 材の最小歪速度は 45° 材の約半分であった。

Fig. 3-3 と Fig. 3-4 は、破断した試料の破面、および表面を観察した SEM 写真である。 45° 材の破面 (Fig. 3-3 (a)) から、結晶粒に対応するディンプルと呼ばれるカップ状のくぼみが観察され、粒内で破断した時に見られる延性的破壊の様相を呈している。 45° 材の表面観察の比較的低倍率写真 (Fig. 3-3 (b)) から、応力方向に対して 45° 方向に破断しており、 45° に粒界が存在していることからマクロ的には粒界に沿って破断に至っている。さらに拡大した写真 (Fig. 3-3 (c)) から、粒界に沿ってノコギリ状のセレーションが認められ、大きな空隙が形成されていることがわかる。それに加えて応力方向に細かい線が観察され、これは線の間隔が $1\sim 2\mu\text{m}$ であり、粒界で段差になっていることからすべり線の可能性が考えられる。 45° 材の $800^{\circ}\text{C}80\text{MPa}$ でクリープ試験を行なった後の試験片から、セレーションに着目した組織写真 (Fig. 3-5 (b)) から、セレーションは応力方向に垂直な微小クラックの集合であることが判る。

一方、LD 材の破面 (Fig. 3-5 (a)) は 45° 材と比べて比較的平坦である。図 5(b) の表面から 0.5mm 程度延びて破断に至っていることがわかる。表面観察から 0.5mm 延びていたのも、これは塑性歪量にしてゲージ長さが 5mm であるため 10% に相当し、つき合わせて測定した歪量 20.0% のうち半分が破断部の延びで賄われていることになる。さらに Fig. 3-5(c) に示した LD 材の表面写真より、粒界に沿って破断していた 45° 材とは異なり、応力方向にかなり絞られた形状になっている。

結晶方位解析は結晶粒の大きさが正確に分かるだけでなく、結晶粒界構造を明らかにする点で、粒界変形機構を解明するための手段として有効である。本研究では、クリープ破断後の試料に対して、EBSD 解析を用いて結晶粒の結晶方位を解析した。Fig. 3-6 と Fig. 3-7 は破面近傍の 200 倍から 3000 倍の間で結晶

方位解析を行なった結果である。それぞれの EBSD 測定用の試料は詳細かつ正確に結晶方位を得るために、方位決定確度を示すパラメータである CI (Confidence Index) 値が 0.4 以上になるように表面を鏡面仕上げした。測定間隔である step distance は 200 倍で $3\mu\text{m}$ 、そして 3000 倍では $0.3\mu\text{m}$ に設定し、測定点は約 5000 点とした。

Fig. 3-6 (a) の 45° 材の 200 倍の逆極点図から、各々の結晶粒の粒界で黒色の測定点が観察される。これは高倍率の EBSD 測定から、粒界でクリープ変形中に形成された空隙に対応していることがわかる。この空隙が存在する粒界がどのような粒界性格を有しているかを調べるため、極点図を用いて結晶方位を特定した。Fig. 3-6 (b) は 45° 材 800°C で 116MPa のクリープ試験後に 3000 倍で粒界に生じている空隙を挟む結晶粒を測定した極点図である。紫色の結晶粒の方位は、 $\{112\} \langle 110 \rangle$ 、赤色の結晶粒の方位は、 $\{100\} \langle 110 \rangle$ であり、その間の粒界は共通軸 $\langle 110 \rangle$ まわりに 60° 回転関係を有する $\Sigma 3$ 粒界であることがわかった。

Orientation Imaging Microscopy (OIM) 解析の対応粒界 (coincident site lattice, CSL boundaries) の解析から本研究で用いた再結晶 ODS フェライト鋼の $\Sigma 3 \sim 29$ の対応粒界 ($\Sigma 1$ は、 15° 以上の大角粒界でないと判別される。) と $\Sigma 31 \sim \Sigma 49$ のランダム粒界の割合はそれぞれ 83%、17% であり、対応粒界が大多数を占めていることが判明した (Fig. 3-7)。このことから比較的整合性の良い対応粒界でも粒界で変形が起こることが明らかになった。LD 材については Fig. 3-8 の上部の破断面付近の結晶粒が細かくなっていることがわかる。

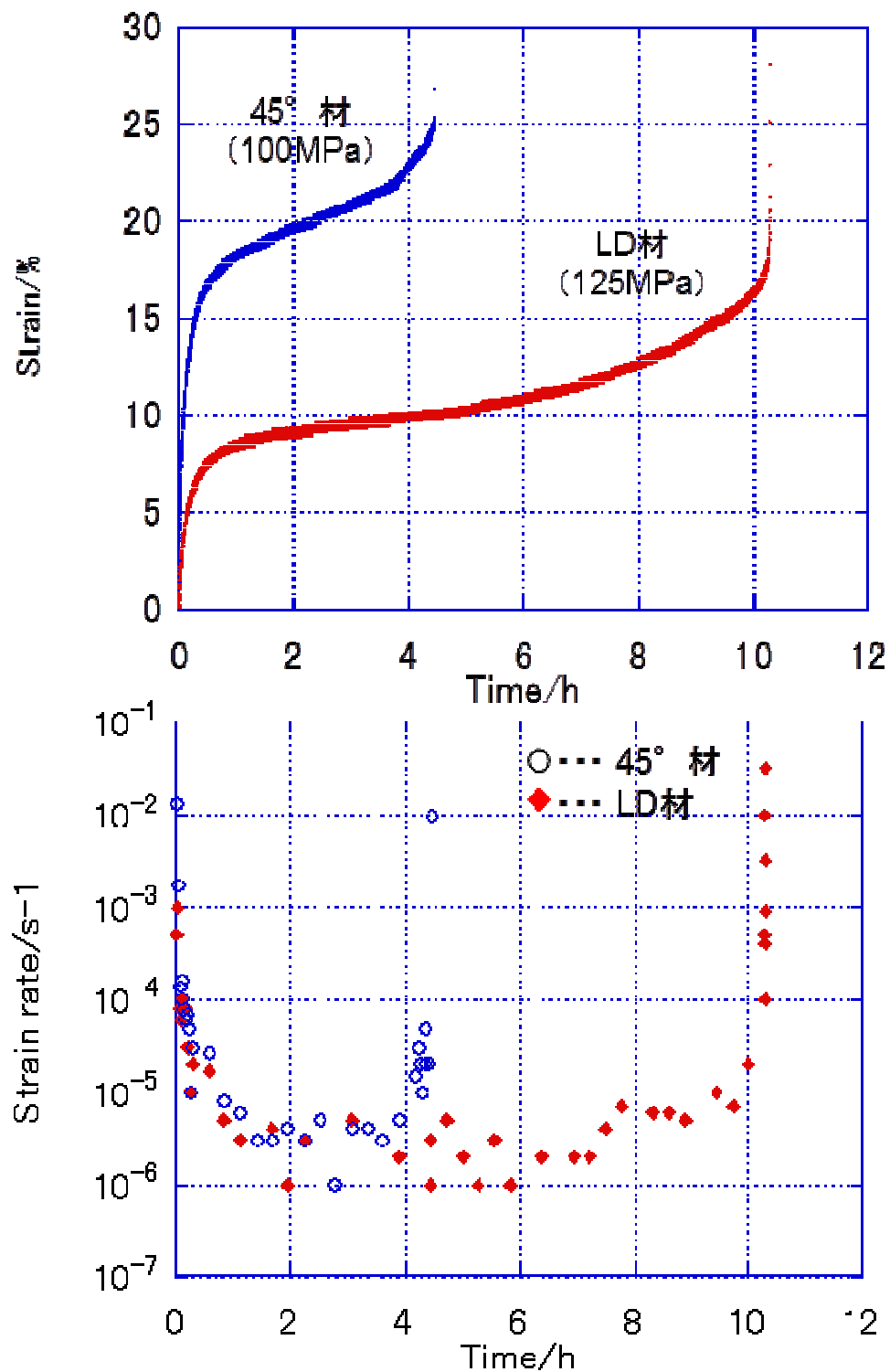


Fig. 3-2 800°C再結晶材のクリープ曲線とこれに対応する歪速度曲線
(45° 材 : 100MPa、LD 材 : 125MPa)

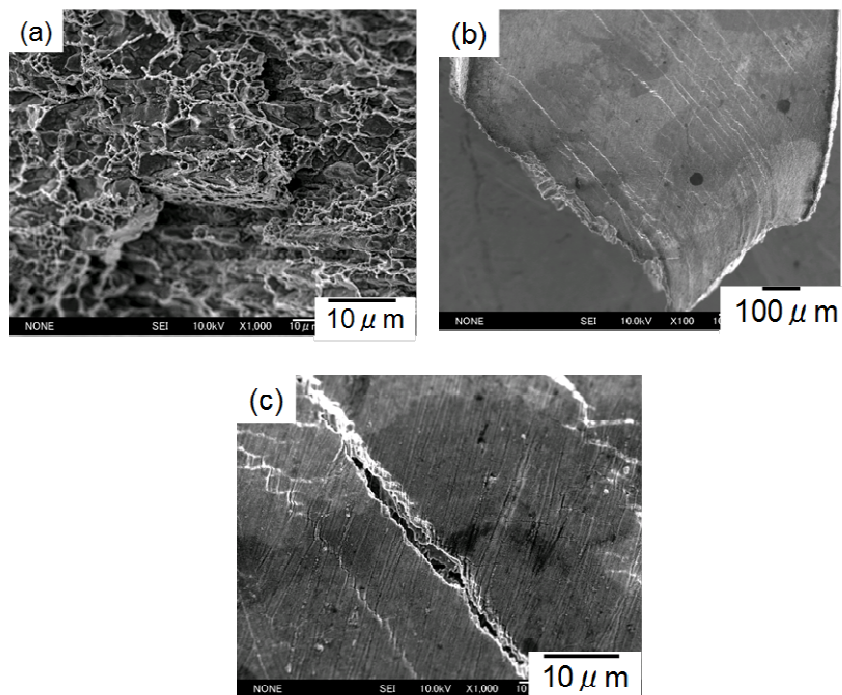


Fig. 3-3 45° 材の 800°C100MPa で行なったクリープ破断後の SEM 写真（再結晶材）
 (a)破面、(b)破面近傍の表面、(c)破面近傍の粒界付近の拡大図

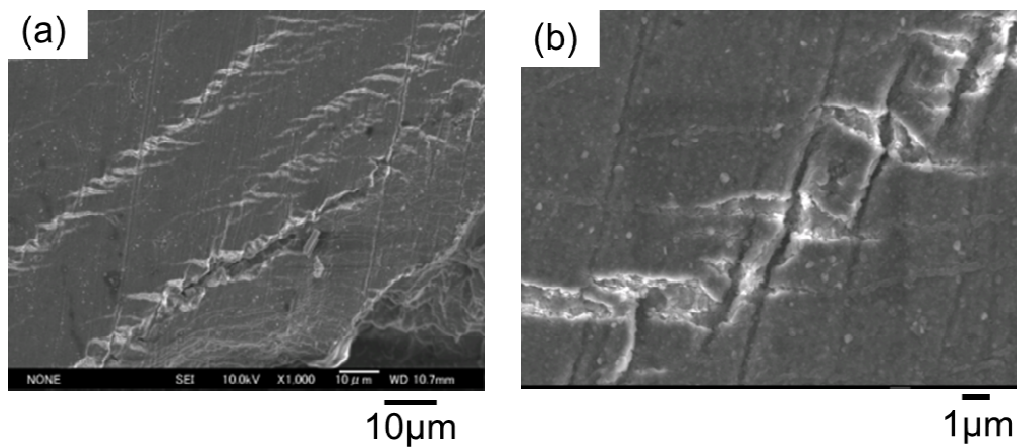


Fig. 3-4 45° 材の 800°C80MPa で行なったクリープ破断後の SEM 写真
 (a)破面近傍の表面、(b)破面近傍の serration の拡大図（再結晶材）

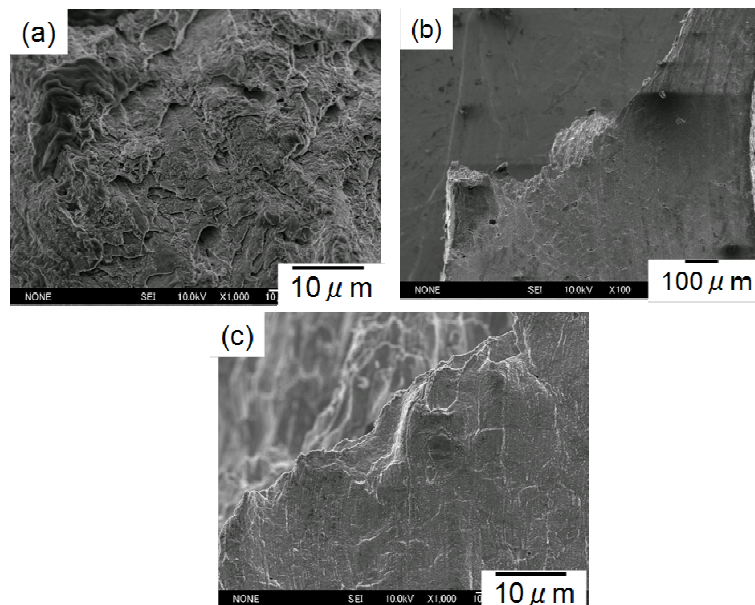


Fig. 3-5 LD 材の 800°C125MPa で実験したクリープ破断後の SEM 写真
(a)破面、(b)破面近傍の表面、(c)破面近傍の表面の拡大図(再結晶材)

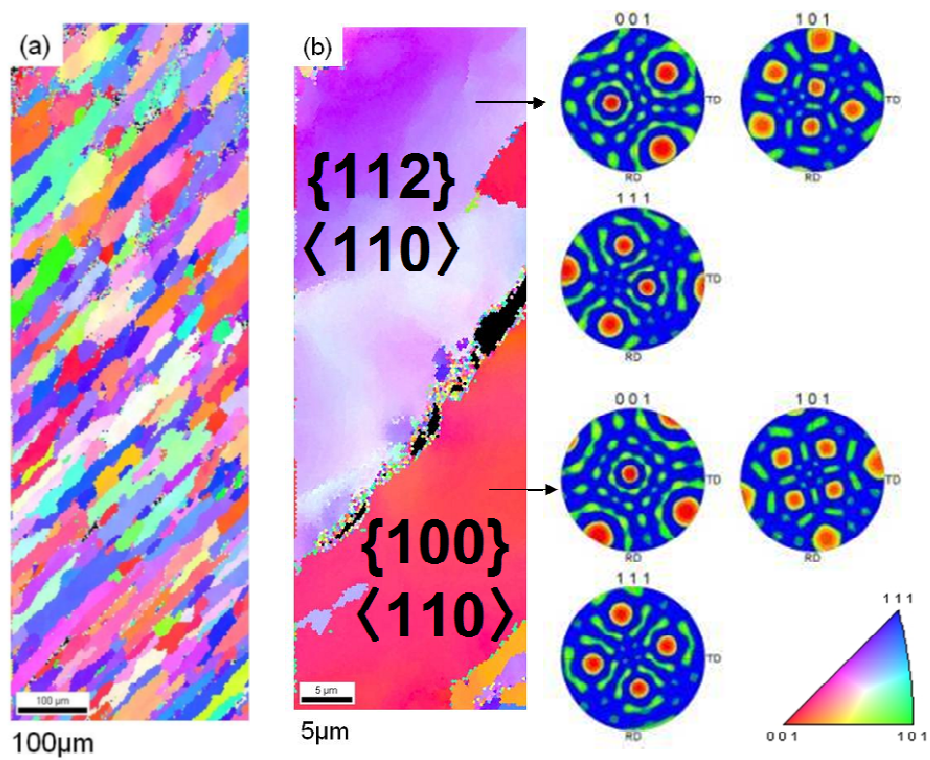


Fig. 3-6 45° 材の 800°C116MPa でクリープ破断試料の逆極点図
(a)全体図、(b)粒界近傍の拡大図 (再結晶材)

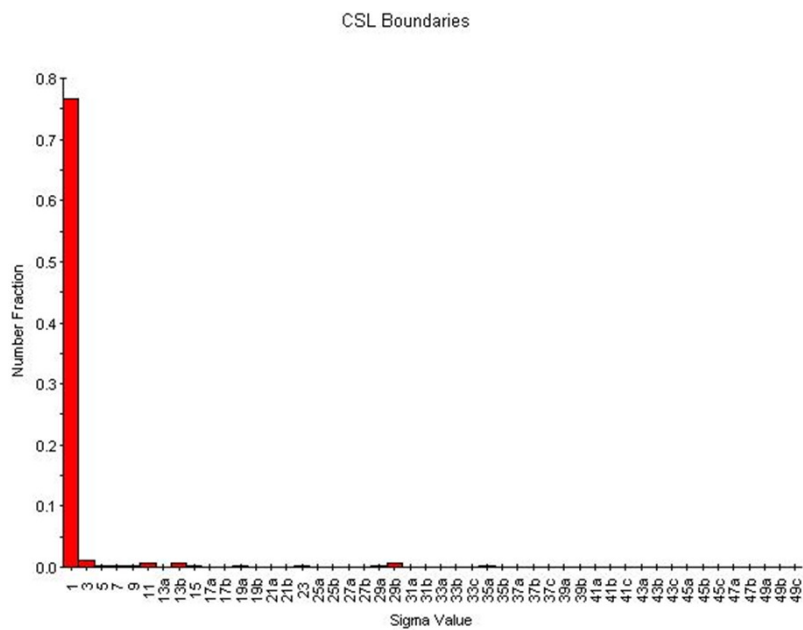


Fig. 3-7 OIM 解析により求められた CSL 粒界の分布図
(Fig. 2-20 1150°C再結晶材より)

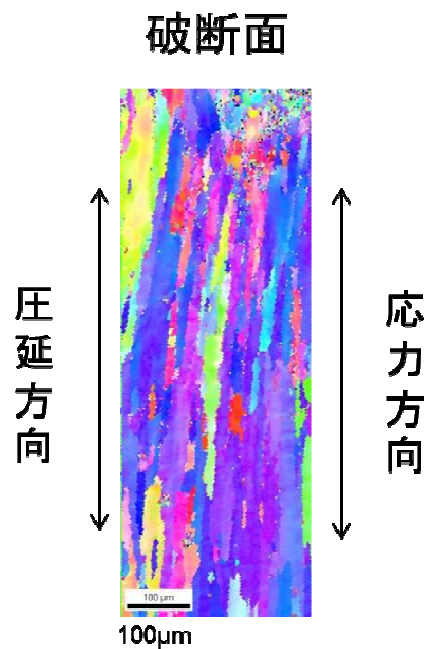


Fig. 3-8 LD 材の 800°C125MPa でクリープ破断試料の逆極点図
(再結晶材)

3.4 考察

本研究で行なったクリープ試験から、ヤング率で規格化した応力と最小歪速度を両対数プロットした結果を Fig. 3-9 に示す。45° 材は LD 材に比べて、同じ応力で歪速度が 1 桁から 2 桁大きくなっていることがわかる。応力と歪速度が (3-1) 式で表されることから [2]、グラフの直線の傾きである応力指数 n を計算した結果、LD 材で 17、45° 材で 11 となり、ともに n 値が 10 以上であった。

一般に応力指数 n 値が 1 では拡散クリープ、2 では粒界すべり、3 から 5 では転位クリープ、10 以上で分散強化が変形の律速段階になることから [3]、本研究で用いた ODS フェライト鋼の高温変形の律速過程は酸化物粒子により転位が止められつつ移動するプロセスと考えられる。

粒界すべりと格子拡散による拡散クリープが連続的に生じる場合の歪速度は式 (3. 2) で見積もることができる [4, 5]。

$$\dot{\varepsilon}_{gb} = 6.4 \times 10^9 \cdot \left(\frac{D_L}{d^2} \right) \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \quad (3. 1)$$

$$\dot{\varepsilon} = A \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \quad (3. 2)$$

ここで、 D_L は格子拡散係数、 d は結晶粒径、 E はヤング率であり、800°C におけるそれぞれの値として、 $E=120\text{GPa}$ 、 $D_L=5 \times 10^{-16}\text{m}^2/\text{s}$ 、 $d=10 \mu\text{m}=10^{-5}\text{m}$ を採用した。この粒界すべりによる歪速度と規格化応力の関係を Fig. 3-9 に示した。80MPa の時の最小歪速度が $1.4 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ となり、45° 材 80MPa の $1.0 \times 10^{-7}\text{s}^{-1}$ と比べて、5 桁大きい値になっている。このことは、45° 材の変形は単純な粒界すべりが進行する変形ではなく、あくまでも変形自体は粒内変形と考えるのが妥当である。粒界すべりが抑制される理由として、粒界がいわゆる整合性の良い対応粒界であることの他に酸化物粒子で粒界での変形が止められている可能性も否定でき

ない。

Fig. 3-10 はイオンビームで掘った後、試料を 60° 傾斜させて観察した試料の側面の組織写真である。 45° 材を 800°C で 100MPa の応力で破断した試料の内部には空隙が観察される。これは上下の結晶粒の間ですべりが発生した結果、形成されたものであることがわかる。また粒界近傍で結晶粒のサブグレイン化が認められる。この粒界近傍でのサブグレイン化はこれまでも報告されている[6]。粒界近傍での結晶粒のサブグレイン化やセレーシヨンの形成は粒界近傍での局所的な変形が生じたことを示唆している。

以上のことから、 45° 材の高温変形は下記の①～③のプロセスが相互に関係して生じたものと考えられる。

- ① 応力負荷のもとに粒内転位が粒界に移動・蓄積して粒界での変形が起こる。
- ② 再結晶 ODS フェライト鋼は主たる粒界が整合性の良い対応粒界であり、多結晶材料であるので周辺の結晶粒により変形が拘束されるので、粒界での変形が抑制される。
- ③ その結果生じる応力集中を緩和しようとして粒界近傍で局所変形が発生する。粒界に沿って形成される微小クラックの集合であるセレーションや結晶粒のサブグレイン化はその過程で発生したと考えられる。

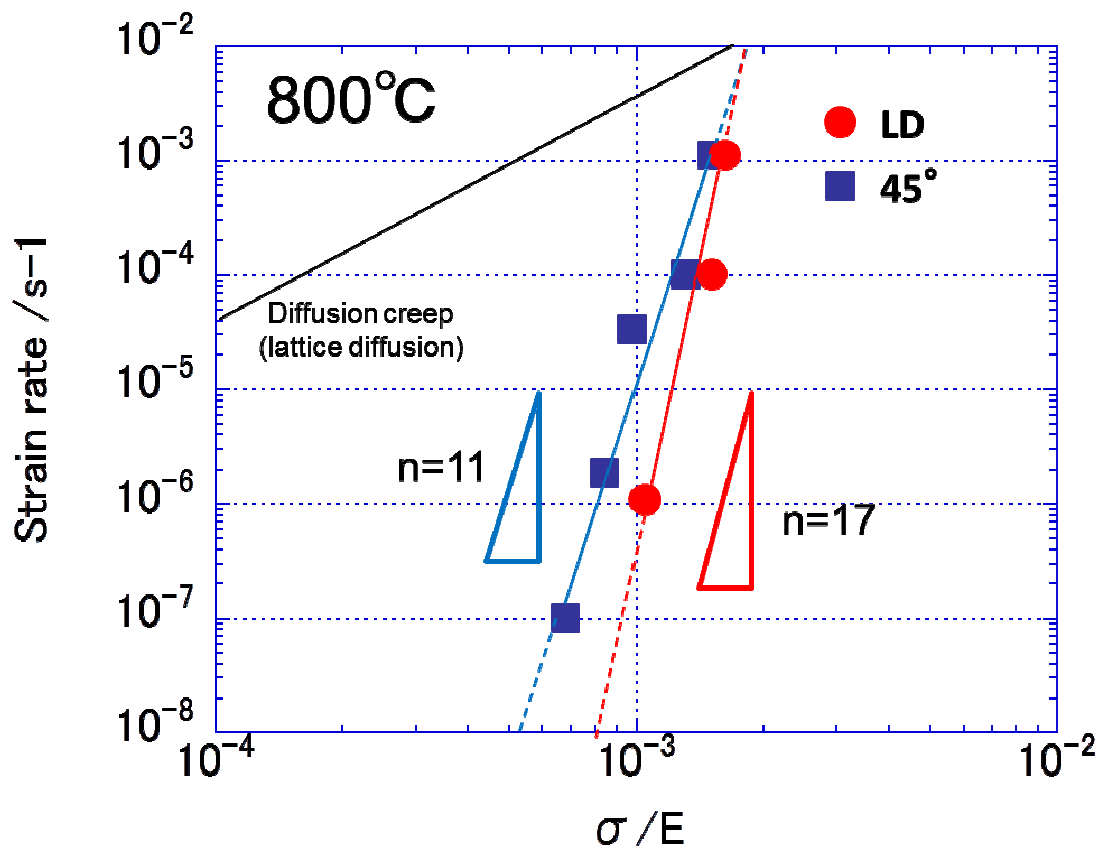


Fig. 3-9 800°Cにおける応力と最小歪速度の関係(再結晶材)

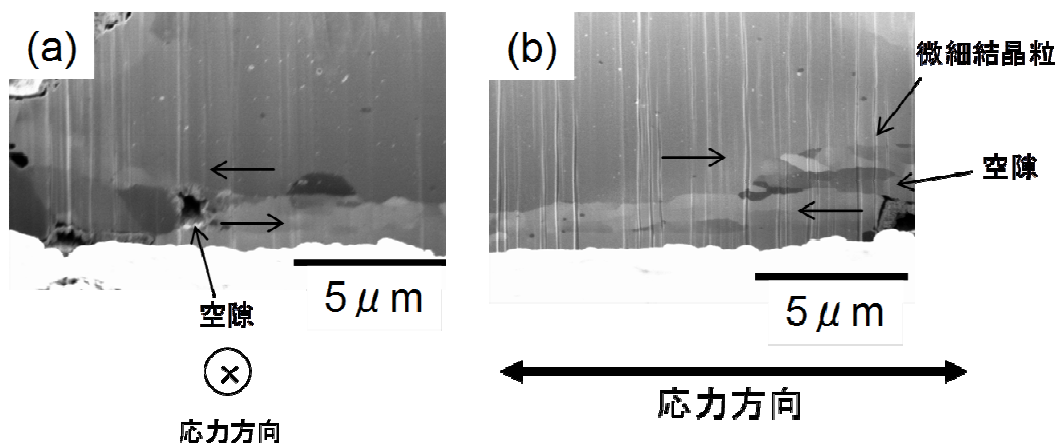


Fig. 3-10 45° 材の 800°C100MPa によるクリープ破断後の試料の 応力
負荷方向に対して (a) 垂直面 (b) 平行面の横断面組織(再結晶材)

3.5 まとめ

ODS フェライト鋼の再結晶材で結晶粒の伸長方向に対し、45° 方向と LD 方向からクリープ試験を行ない、ODS フェライト鋼の高温変形機構を検討し、以下の知見を得た。

(1) 応力指数 n は 10 以上で酸化物粒子による転位のピン止めが重要な変形の律速過程である。その変形過程は粒界すべりと空孔の格子拡散による拡散クリープが連続的に進行する場合の歪速度と比較して 5 桁小さく、粒界すべりが変形の主たる律速段階ではない。これは整合性の良い対応粒界であることの他に、粒界が酸化物粒子でピン止めされている可能性も考えられる。

(2) 粒界近傍で結晶粒のサブグレイン化やセレーションが明瞭に観察された。このことから ODS フェライト鋼の高温変形は、粒界部に蓄積した応力の局所的緩和過程とみなすことができる。

参考文献

- [1] 坂田幹宏, 林重成, 成田敏夫 : 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会研究報告, **Vol. 47**, No. 1 (2006), p. 99
- [2] A. K. Mukherjee: *Mater Sci. Eng. A*, **322** (2002), 1-22.
- [3] J. Rosler, R. Joos and E. Arzt: *Metall. Trans. A*, **23** (1992), 1521-1539
- [4] 松田則男, 松浦圭助: 日本金属学会誌, **50**, 4, (1986) 374-383
- [5] O. A. Ruano, J. Wadsworth, O. D. Sherby: *J. Mater. Sci.*, **20**, (1985) 3735-3744
- [6] 小坂泰彦, 河野明訓, 光原昌寿, 池田賢一, 中島英治 : 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会研究報告, **Vol. 47**, No. 1 (2006), p. 17

第4章 ODS フェライト鋼における高温変形の歪速度依存性

4.1 はじめに

本章では圧延率 85%まで冷間圧延し、微細結晶粒組織とした ODS フェライト鋼に対し、圧延方向に垂直に引張試験を行い、歪速度を変えた場合の粒界での変形を調査した。

4.2 実験方法

85%の冷間圧延を行なった。この冷間圧延材の結晶粒サイズは圧延方向 $50\ \mu\text{m}$ 、横方向 $1\ \mu\text{m}$ であり、アスペクト比が 50 で非常に伸長した組織を有している (Fig. 2-3 (a))。この板材から放電加工機を用いて、圧延方向に垂直に引張試験片を採取した (Fig. 4-1)。ゲージ部の寸法は、長さ 5 mm、幅 1.2 mm、厚さ 0.5 mm である (Fig. 2-6)。引張試験は島津製作所製のサーボパルサーを使用し、 800°C で歪速度 $10^{-1}\text{s}^{-1}\sim 10^{-4}\text{s}^{-1}$ の範囲で行なった。破断歪は破断した試験片同士の突き合わせにより求めた。

破断した試験片についてレーザー顕微鏡、走査型電子顕微鏡 (SEM) による表面観察、破面観察を行ない、ミクロ組織の変化を考察した。また FIB 装置を用いて、 Ga^{+} イオンによる表面からの掘削を行ない、応力方向に対して平行面と垂直面の組織の変化を変形前後で観察した。同時に変形前後の結晶粒の形状、方位関係を調査するため SEM-FIB 装置 (Multi-Beam System, JIB-4600/HKD) に付属している電子線後方散乱回析 (Electron Backscattering Diffraction, EBSD) パターン解析も行なった。その際、データの信頼度の指標である coincidence index (CI) は 0.4 以上とした。

4.3 実験結果

Fig. 4-2 は、冷間圧延材を 800℃で圧延方向に垂直方向に応力負荷した時の歪速度 10^{-1}s^{-1} から 10^{-4}s^{-1} の条件で行った公称応力-公称歪曲線である。85%冷間圧延材であるため明瞭な加工硬化は現れていない。歪速度が速くなるにつれて引張強さが上昇している。破断伸びについては歪速度 10^{-4}s^{-1} で 30%程度の歪であるのに対して、 10^{-1}s^{-1} や 10^{-2}s^{-1} では 80%以上という大きな塑性歪の変形を示した。破断した引張試験片の突き合わせ測定の結果、歪速度 10^{-2}s^{-1} では 93%という大きな歪であった (Fig. 4-3)。この結果と Fig. 4-2 に示した公称応力-公称歪曲線から、弾性変形の歪量は小さく応力負荷開始より塑性変形が生じていた可能性がある。

試験片の破断した部分を見ると、ネッキングが無く、ゲージ部で均一に変形していること、さらに応力方向に垂直な方向、すなわち結晶粒伸長方向に破断していること、90%以上という ODS フェライト鋼としては極めて大きな破断伸びを示したことから、粒界での変形が生じていると考えられる [1]。

Fig. 4-4 は歪速度 10^{-2}s^{-1} で破断した試験片の破断面を SEM 観察した組織である。全体的に破面の形状は細かな凹凸状になっており、延性破壊の特徴であるディンプル状の破面までには至っていない。拡大図から破断面は試験片側面に対して傾斜していることがわかる (Fig. 4-4 (b))。一般に粒界が応力方向に対し垂直であればせん断応力がゼロとなり、変形は進展しないが、今回の試験片の場合では破面から奥行方向に傾斜している粒界が存在しているため、Fig. 4-4 (c) に示すようにそのような部位で粒界に沿ったすべり変形が発生したと考えられる。

Fig. 4-5 は歪速度 10^{-4}s^{-1} で破断した試験片の表面を SEM 観察した写真である。縦線は引張試験前に #1200 の SiC 研磨紙でつけた罫書き線である。横方向が圧延方向であり、結晶粒界に対応している。この図から粒界で罫書き線がすれて

おり、これは明瞭な粒界での変形の痕跡である。試験片内部でも同様のズレがあると仮定すると、このズレの長さから粒界変形の歪量を見積ることができる。今、ズレの長さが $2.8\mu\text{m}$ であり、ゲージ部に存在する結晶粒が 500 個であり、ゲージ長さが 5mm であることから、粒界部の変形による歪量は約 25% と見積もられる。歪速度 10^{-4}s^{-1} の破断歪が 33.4% であることから、高温変形中に占める粒界変形の割合はおよそ 75% となる。

歪速度が 10^{-2}s^{-1} で引張試験を行った前後の組織を SEM で調べた結果を Fig. 4-6 (a), (b) に示す。ここで観察面は圧延方向に垂直面、すなわち引張応力に平行な面である。結晶粒は $1\sim 2\mu\text{m}$ と非常に微細であり、Fig. 4-1 (a) の表面組織と Fig. 4-6 (a) を合わせて考えると冷間圧延材は扁平な円柱状の伸長組織であり、引張試験後で丸みを帯び、若干粗大化していることが分かる。Fig. 4-6 (b) の破断した断面から、その表面に傾斜した結晶粒とその先に空隙が観察される。粒界で変形した長さ分が表面に突出して、内部の粒界三重点で粒界変形分に見合った寸法の空隙が形成されたものと考えることができる。

Fig. 4-7 は Fig. 4-6 と同様の観察面から歪速度 10^{-1}s^{-1} の試料を EBSD 解析した結果である。本研究で用いた ODS フェライト鋼の圧延方向は $\langle 110 \rangle$ であり、Fig. 4-7 の観察面は $\{110\}$ 面に相当する (Fig. 4-7 (c)) [2]。結晶粒の内部の歪を計算するために、隣接する測定ステップとの差を取った Kernel average misorientation (KAM) 値を用いて解析した結果、Fig. 4-7 に各々の方位の KAM 値を示したように変形前の圧延組織と比較して変形後の粒内の KAM 値が低くなっていた。これは結晶粒内の歪が変形前に比べて減少したことを示しており、高温変形中に粒内で回復・再結晶が生じたことを示している。このような高温変形中の動的再結晶や動的回復が、80% 以上のネッキングなしの高い塑性歪を伴う粒界での変形と密接に関係している。

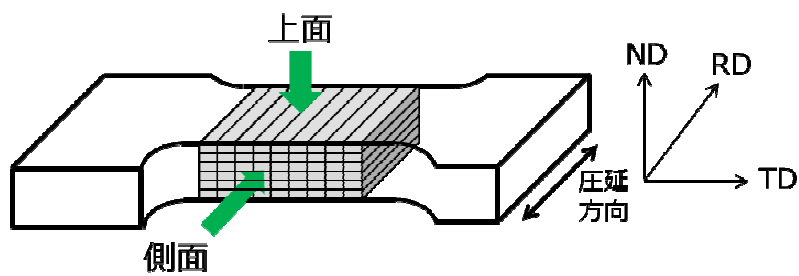


Fig. 4-1 ODS フェライト鋼の試験片採取の応力方向との関係

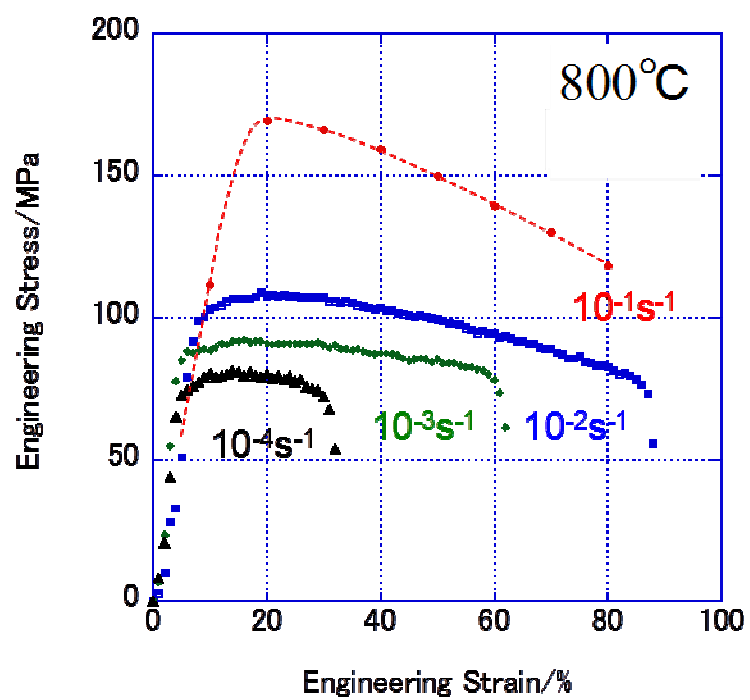


Fig. 4-2 冷間圧延材の高温引張試験における公称応力-公称歪曲線
(800°C、圧延方向に垂直の引張試験)

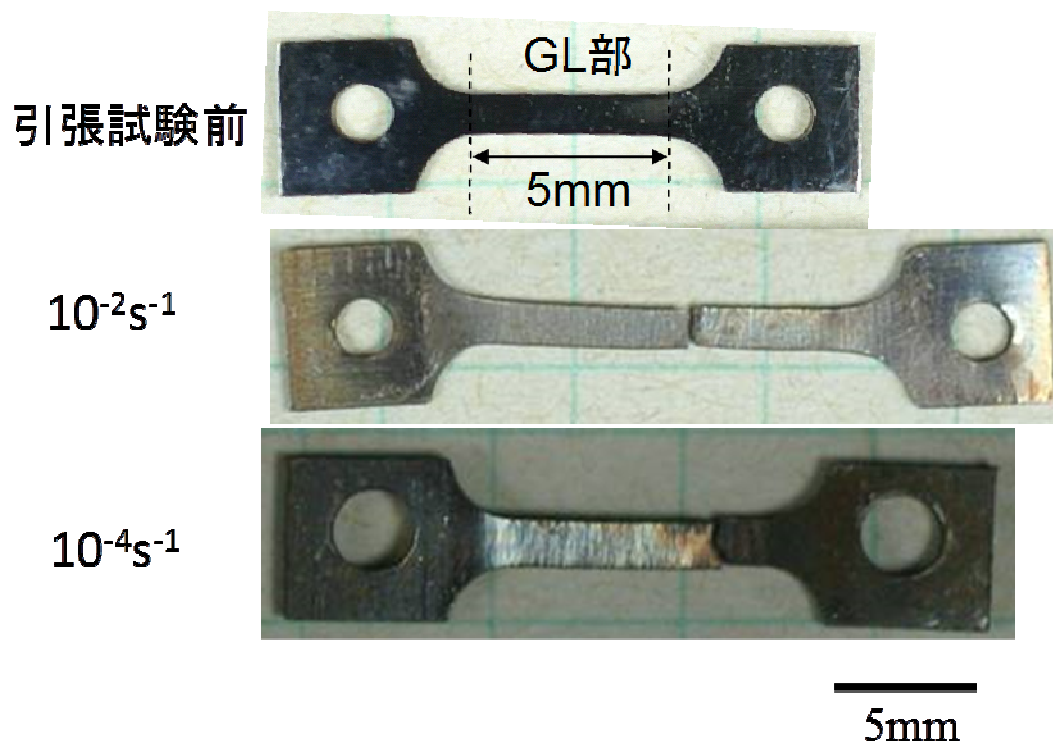


Fig. 4-3 冷間圧延材の引張試験後に試験片を突き合わせた状態の外観写真

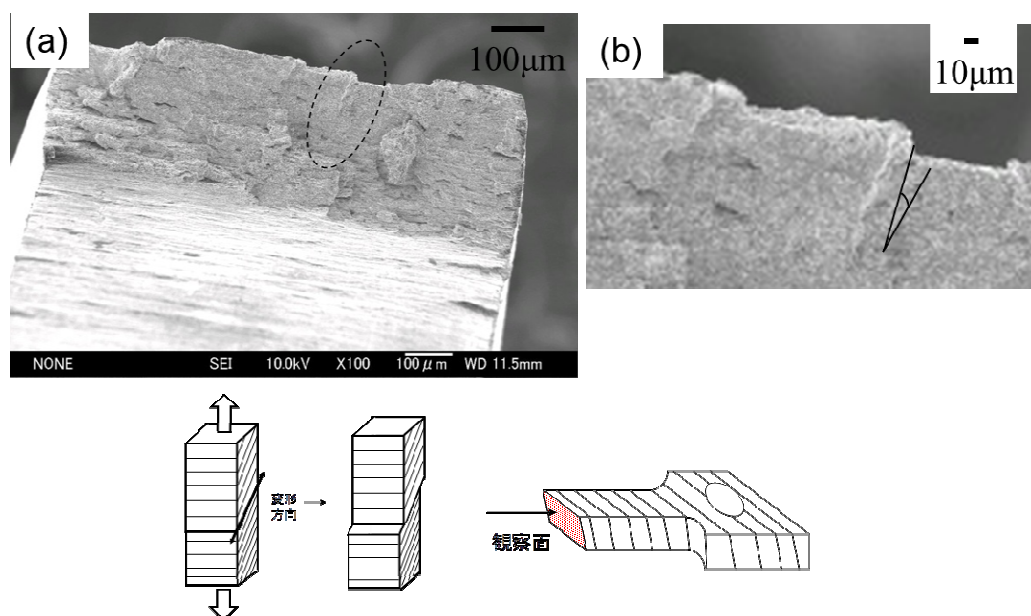


Fig. 4-4 冷間圧延材の 800°C 歪速度 10^{-2}s^{-1} の引張試験後の破面 SEM 写真
(a) 低倍率、(b) 拡大図、(c) 観察面の模式図

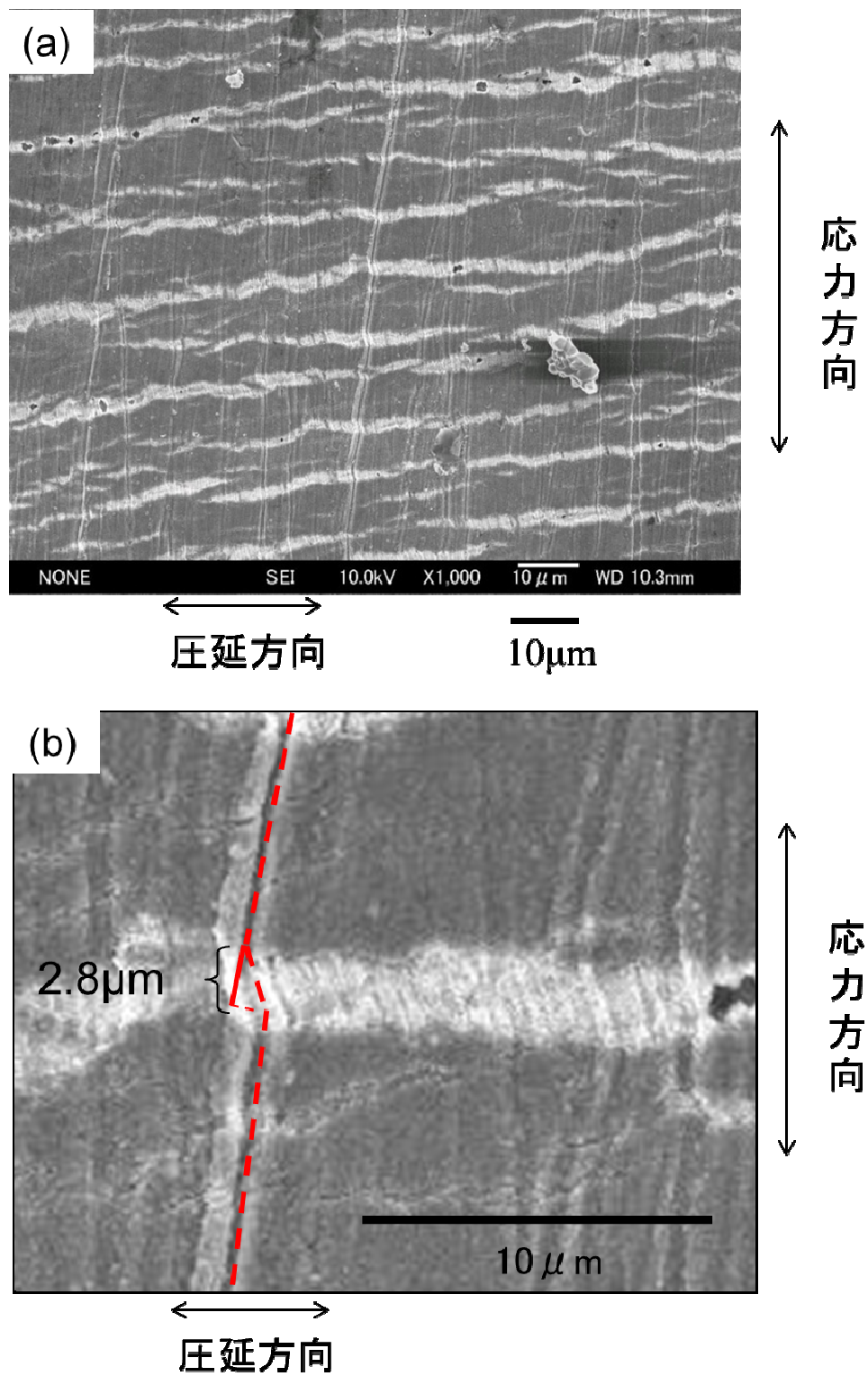
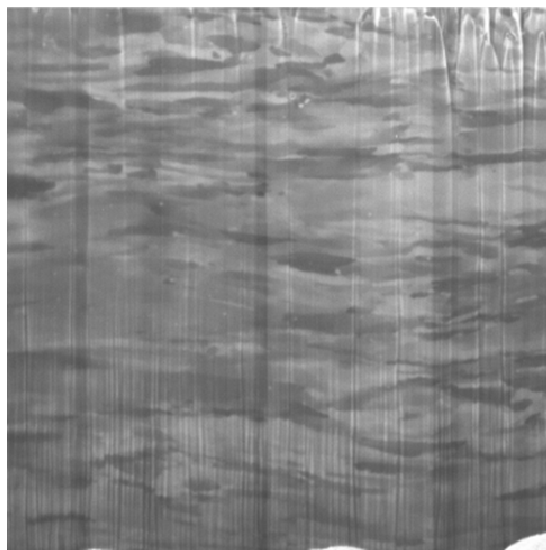


Fig4-5 TD 材 800°C歪速度 10^{-4}s^{-1} の引張試験後の表面 SEM 写真
(a) 低倍率、(b) 拡大図 (冷間圧延材)

(a)

⊗
圧延方向



1 μm

(b)

Carbon
deposition

⊗
圧延方向



↔
応力方向

1 μm

Fig. 4-6 FIB 掘削後の表面近傍の断面写真 (Fig. 4-7 の観察面に相当)
(a) 冷間圧延材の垂直面、(b) 800°C歪速度 10^{-2}s^{-1} の引張試験後の SEM 写真
(冷間圧延材)

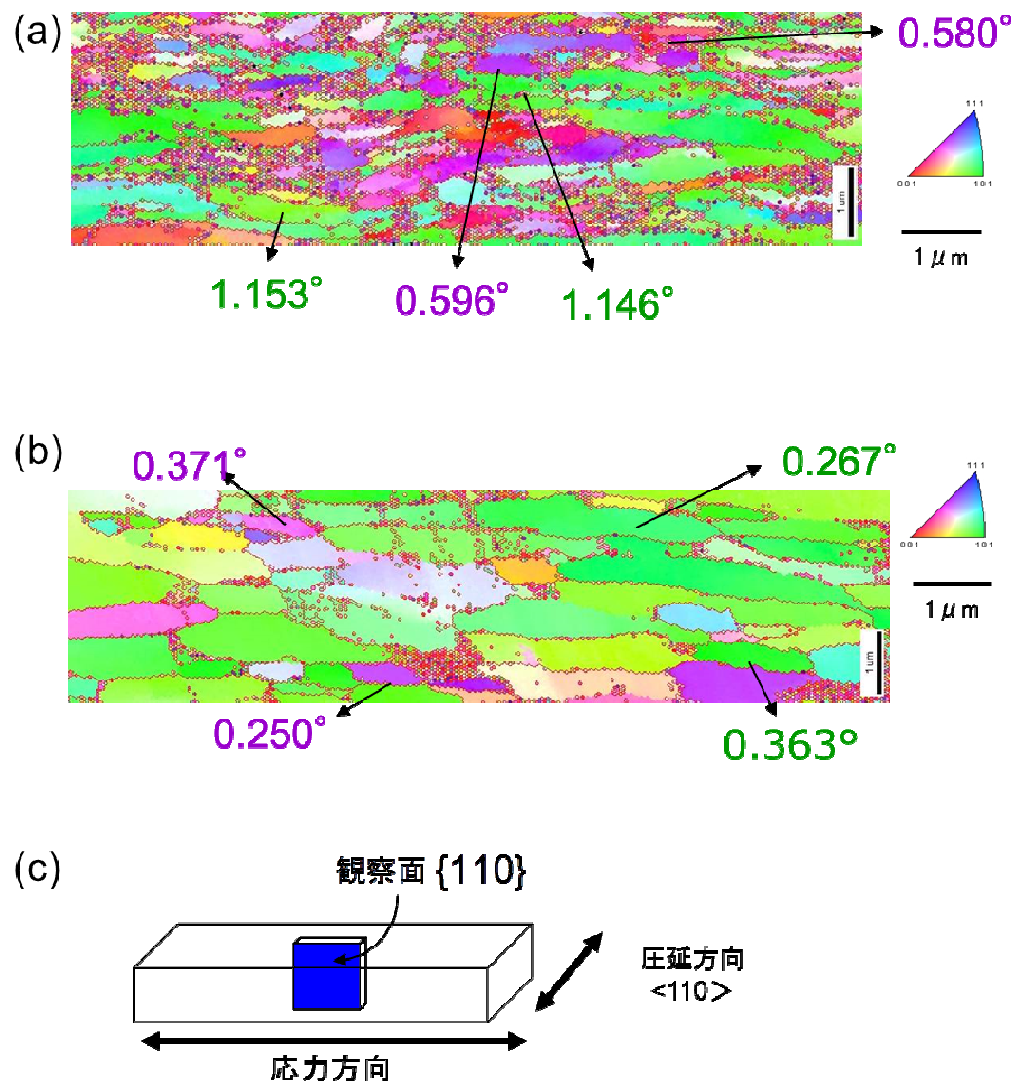


Fig. 4-7 ODS フェライト鋼の冷間圧延材の圧延方向に対して
 垂直面の EBSD 解析の IPF map
 (a) 冷間圧延まま (b) 800°C歪速度 10^{-1}s^{-1} の引張試験後
 (c) 観察面の模式図

4.4 考察

冷間圧延した板材を用いて、結晶粒伸長方向に対し垂直方向に引張試験を行い、粒界近傍での変形が生じることを示した。詳しくは次章の考察で包括的に記述するが、ここではこれまでに粒界変形について解説した文献に基づき検討する[4-6]。

ひずみ感受性指数 m 値[4]は式(4.1)で表される。

$$\sigma_t = K \cdot \dot{\varepsilon}^m \quad (4.1)$$

σ_t は真応力、 K は定数、 m はひずみ感受性指数である。4.3 実験結果に記した実験結果から真応力を求めて、式(4.1)に代入した結果を Fig. 4.8 に示す。これより得られた m 値は 0.11 であり、空孔の格子拡散による拡散クリープが生じる条件である 0.5 より小さくなった。これを検討するため、変形が粒界すべりに支配されている場合の歪速度を見積もった。本研究で用いた結晶粒径と同程度の純鉄の高温変形において、粒界すべりと格子拡散による拡散クリープが連続的に生じる場合の歪速度は式(4.2)で表わされる[7-8]。

$$\dot{\varepsilon}_{gb} = 6.4 \times 10^9 \cdot \left(\frac{D_L}{d^2} \right) \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \quad (4.2)$$

ここで、ヤング率 E を 120GPa[7]、拡散係数 D_L を $5 \times 10^{-16} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ [7]、結晶粒径 d を $2 \mu \text{m}$ として計算した結果が Fig. 4-8 中に破線で示されている。この歪速度と比較して、同程度の応力で ODS フェライト鋼の歪速度は大幅に低下していることが分かる。この結果から、ひずみ感受性指数 m 値が 0.11 と小さくなった原因は変形速度の低下であり、これには ODS フェライト鋼の結晶粒界は整合性の良い対応粒界であること[9]や粒内転位による動的回復・再結晶に伴う変形に支

配されていることが考えられる。

そのことについて、次章で粒内の TEM 観察を行ない詳細な変形過程を調査した。

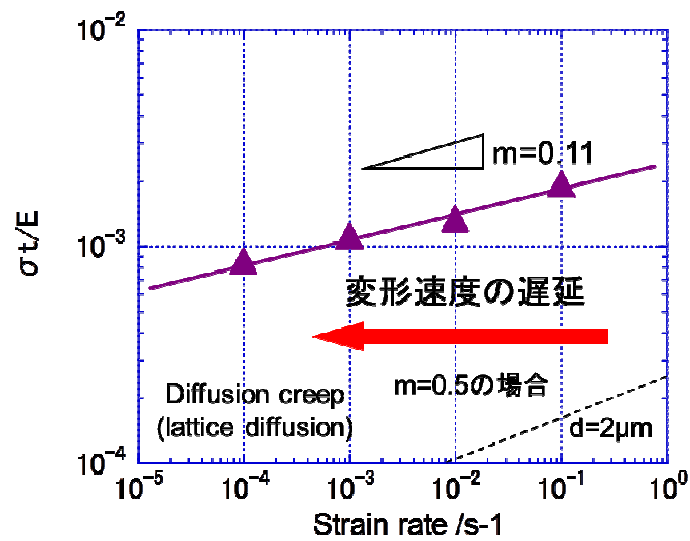


Fig. 4-8 800°C (冷間圧延材)における真応力-歪速度の両対数プロット

4.5 まとめ

ODS フェライト鋼の微細結晶粒を有する冷間圧延材を用いた 800℃の高温引張試験を行ない、以下の結論を得た。

- ・板材の垂直方向の高温変形挙動から粒界での変形主体の高温変形が起こり得ることが判った。
- ・表面組織観察から 2 μ m の凹凸状のズレが粒界で見られ、粒界に沿った罫書き線のズレから表面では粒界での変形が生じている。
- ・EBSD 解析の結果から粒内での動的回復が粒界三重点での応力の拘束を緩和して粒界変形を進行させている。この持続的な粒界変形と粒内の動的回復が相互に作用することで、高い歪を伴う変形が生じた。
- ・ODS フェライト鋼のひずみ感受性指数 m 値は 0.11 であり、空孔の格子拡散によるクリープ変形が生じる条件である 0.5 より小さい。これは結晶粒界には整合性の良い対応粒界が多数を占めていることや粒内転位による動的回復・再結晶に伴う変形に支配されていることが原因として考えられる。

参考文献

- [1] 超塑性と金属加工技術:超塑性研究会編, 日刊工業新聞社(1980)
- [2] B. Leng, S. Ukai, N. Oono, S. Hayashi, S. Ohtsuka and T. Kaito: 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会研究報告, Vol. 52, No. 3(2011), p. 247
- [3] 井口信洋: 塑性と加工, Vol. 10, No. 9, (1969) p190
- [4] 井口信洋: 軽金属, Vol. 21, No. 9, (1971) p613
- [5] 沢田孚夫: 塑性と加工, Vol. 16, No. 177, (1975) p908

- [6] 和泉修:塑性と加工, Vol. 16, No. 177, (1975) p1015
- [7] O. A. Ruano, J. Wadsworth, O. D. Sherby: *J. Mater. Sci.*, **20**, (1985), p3735
- [8] 松田則男, 松浦圭助:日本金属学会誌, **50**, 4, (1986) p374
- [9] Y. Sugino, S. Ukai, B. Leng, Q. Tang, S. Hayashi, T. Kaito and S. Ohtsuka : *ISIJ International*, **51**(2011), No. 6, p. 982

第5章 結晶粒組織変化に基づいた ODS フェライト鋼の

高温変形メカニズムの解明

5.1 はじめに

これまでの章で ODS フェライト鋼の圧延方向に平行方向（LD 材）の変形は、ネッキングや破面の形状から粒内変形モードになっているのに対し、垂直方向（TD 材）の変形は、粒界近傍での変形が主な変形様式になっていることを明らかにした。

本章では、一般に粒界変形が顕著に見られる低ひずみ速度側のクリープ試験を追加して行ない、変形前後の結晶粒組織の変化を調査した。この結果とこれまでの結果を踏まえて、本文中に多用してきた粒界での変形とは何かを明らかにし、ODS フェライト鋼の高温変形メカニズムを総括的に評価する。

5.2 実験方法

引張試験については 2.2 実験方法、クリープ試験機については 3.2 実験方法と同様に行なった。応力方向についてはこれまでの章に示した通り、平行方向、垂直方向、45° 方向の 3 方向で実施した。

転位組織の観察は、200kV 透過型電子顕微鏡（日本電子製 JEM-2000FX, JEM-2010, Transmission Electron Microscope, TEM）を用いて内部の組織を評価した。引張試験後の試験片を用いて SEM-FIB 装置（Multi-Beam System, JIB-4600/HKD）で $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m} \times$ 厚さ 100nm 以下のマイクログリッドを採取して、Mo メッシュに載せるピックアップ法で TEM 試料を作製した。明視野像において転位が鮮明に観察できる条件は、ブラッグ反射条件（ $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ 、 $\mathbf{g}$ ：反射ベクトル、 $\mathbf{b}$ ：バーガースベク

トル) から+、-に僅かにはずれた($s>0$ 、 s : ブラッグ条件からのズレ) ところである[1]。

転位密度 ρ の測定は、式(5.1)で求められる Keh の方法を用いた[1]。

$$\rho = \left(\frac{n_1}{L_1} + \frac{n_2}{L_2} \right) \cdot \frac{l}{t} \quad (5.1)$$

L_1 は縦の線の全長、 n_1 は縦の線と交差する転位線の数、 L_2 は、横の線の全長、 n_2 は横の線と交差する転位線の数、 t は試料の厚さである。

5.3 実験結果

Fig. 5.1、Fig. 5.2 は、冷間圧延材の 800℃で垂直方向に 40MPa と 50MPa の応力負荷したクリープ試験で得られた時間-歪曲線と時間-歪速度クリープ曲線である。Fig. 5.1(b)の短時間側の拡大した図をみると、40MPa と 50MPa とともに初期歪が 5%と大きい。これは、冷間圧延時に導入された可動転位によるものであると考えられる。最小歪速度は、50MPa で $2 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ 、40MPa で $3 \times 10^{-9} \text{s}^{-1}$ であった。(Fig. 5.2)。

これまで行なった冷間圧延 (CW) 材、800℃の応力-歪速度の両対数プロット Fig. 5.3 に示す。平行 (L) 方向と比較して垂直 (T) 方向では、低応力において歪速度が速いことがわかる。これは、粒界の配向が歪速度の加速に寄与していることを示している。しかし直線の傾きである応力指数 n は 9.2 である。転位クリープについて 1.2 金属の高温変形メカニズムの中で説明した通り、通常、金属材料の転位クリープの場合の応力指数 n は 3 から 5 である。しかし分散強化した材料(例として Al-Al₂O₃ 合金等)において、障害物である析出物により粒内を転位が再配列・回復が生じた結果、形成したサブグレイン内を転位が上昇運動する過程

が律速過程となり、その場合の応力指数 n が 7 以上になることを O. D. Sherby ら [2] が、これまでの実験データから経験的に示している。

Fig. 5.4 において橙色の線は 1150°C 再結晶材の T 方向で 900°C 高温引張を行なった結果である [3]。歪速度が 10^{-4}s^{-1} から 10^{-5}s^{-1} に僅かに低下するだけで変形応力は大きく低下していることがわかる。このときの応力指数 n は 2 であった。900°C は本研究で用いた ODS フェライト鋼の冷間加工材が再結晶する温度である (Fig. 5.5) [4]。変形中に空孔拡散により、粒界三重点に蓄積した応力が容易に解放され、粒界で変形が連続的に生じたためと考えられる。

そこで実際に試料表面に観察された粒界での変形が、内部組織の組織ではどのような形態になっているのかを調査するために、冷間圧延材と再結晶材のそれぞれの試験片について変形前の組織と変形後の高歪速度側、低歪速度側の転位組織を観察した。

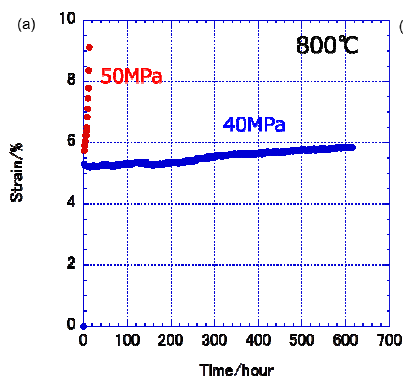


Fig. 5-1 冷間圧延材の 800°C で
行なった TD 材のクリープ曲線
(a) 全体、(b) 短時間側の拡大図

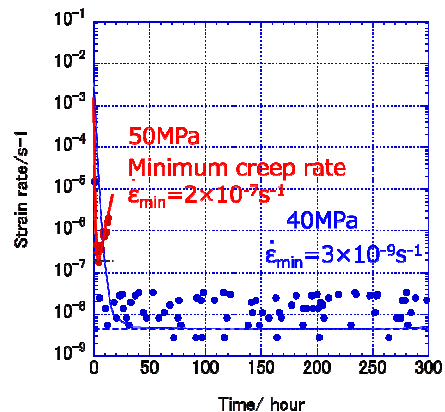


Fig. 5-2 冷間圧延材の 800°C で
行なった TD 材のクリープ試験の
時間-歪速度の両対数プロット

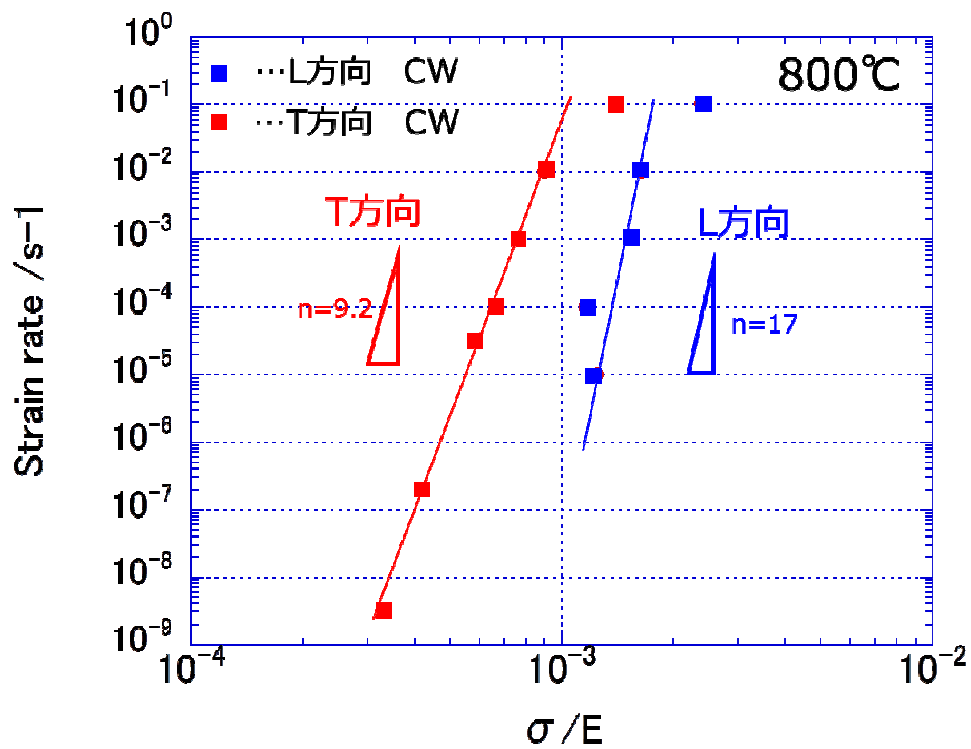


Fig. 5-3 ODS フェライト鋼の高温変形における応力-歪速度
両対数プロット（冷間圧延材）

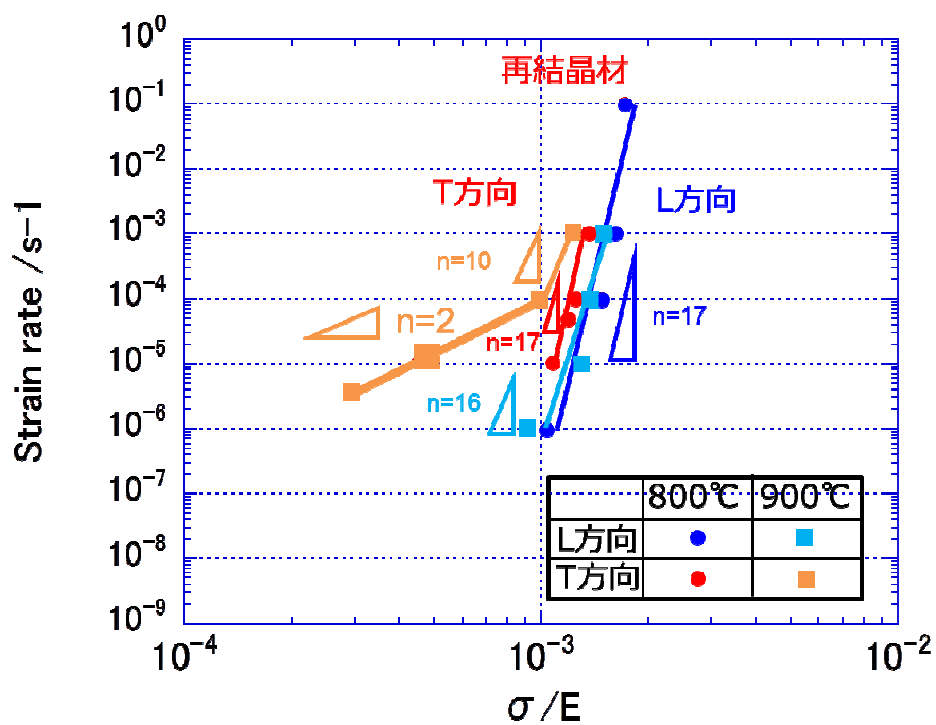


Fig. 5-4 ODS フェライト鋼の高温変形における応力-歪速度
両対数プロット（再結晶材）

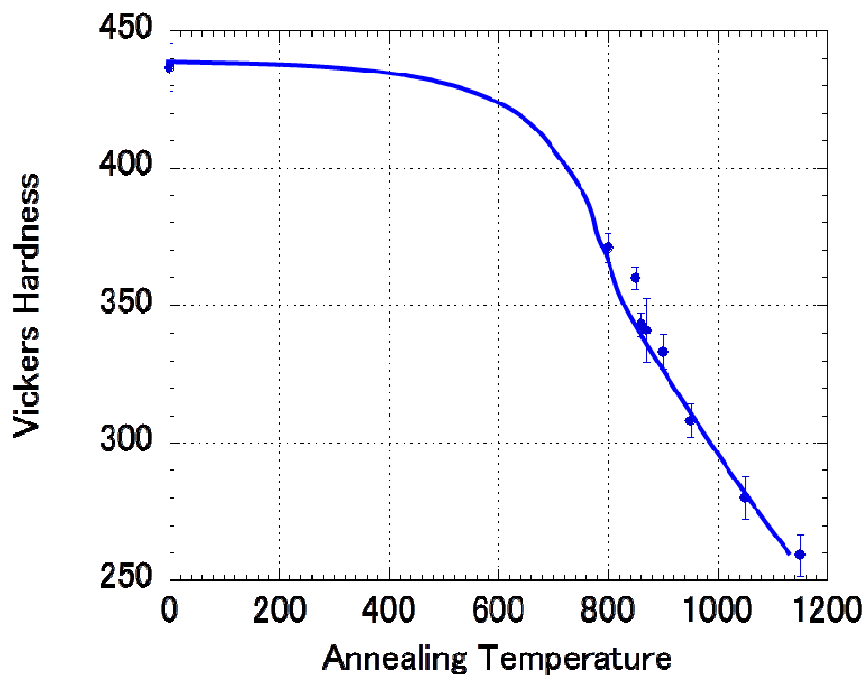


Fig. 5.5 本研究で用いた 15Cr-ODS フェライト鋼の温度とビッカース硬さの関係

Fig. 5.6、5.7 は、冷間圧延材において (a) 変形前の冷間圧延材まま、(b) 800°C で歪速度 10^{-2}s^{-1} で行なった引張試験片、(c) 800°C で 50MPa (最小クリープ速度 $2 \times 10^{-7}\text{s}^{-1}$) で垂直方向に応力負荷したクリープ試験片の TEM 組織写真である。

Fig. 5.6(a) の冷間圧延材を見ると、本試料は $1\mu\text{m}$ 以下の微細な結晶粒が伸長した組織から形成されていることがわかる。変形後には高歪速度で変形させた組織 (Fig. 5.7(b)) には、転位が結晶粒内全体で酸化物粒子に絡まる様子が観察できる。さらに、低歪速度で変形させた組織 (Fig. 5.7(c)) では、結晶粒界付近に転位のセル組織が形成している。転位密度が高い冷間圧延材の高温変形では、Fig. 4-2 の応力-歪曲線において高歪が得られており、Fig. 4-7 で示した変形前

と比較して変形後の結晶粒内の歪が解消されていることから判断すると、冷間圧延で導入された転位の動的回復・再結晶、サブグレイン化の過程で変形が生じたと考えられる。結晶粒の伸長方向に対し垂直方向の引張試験では、動的回復・再結晶が結晶粒毎で生じ、応力方向に対して相対的に結晶粒が多数存在するため、Fig. 5.3 に示されるように平行方向に比べて垂直方向の場合で歪速度が大きくなったと考えられる。

Fig. 5.8 は、1150℃再結晶材の垂直方向に 800℃歪速度 10^{-5}s^{-1} で行なった引張試験片の TEM 写真である。結晶粒界近傍に約 $1\mu\text{m}$ のサブグレインが形成していることがわかる (Fig. 5.8(c))。さらに拡大して見ると、粒界三重点で転位が集積している様子が観察できる (Fig. 5.8(d))。高温側の 900℃の変形において、Fig. 5.4 で応力指数 $n=10$ の領域である 1150℃再結晶材の 900℃歪速度 10^{-3}s^{-1} で行なった引張試験片の TEM 写真を Fig. 5.9 に示す。これより、粒界近傍に多数の転位が pile-up している様子が認められる。変形前の 1150℃再結晶まま材の TEM 写真を Fig. 5.10(a) に示す。Fig. 5.10(a) の 1150℃再結晶材では、Fig. 5.6 で見られた冷間圧延材のような転位組織は観察されず、転位密度は低いことがわかる。Fig. 5.10 (b) は歪速度が遅い 10^{-4}s^{-1} で行なった引張試験片 (応力指数 $n=10$ と 2 の遷移領域)、Fig. 5.10 (c) は、歪速度 10^{-5}s^{-1} で行なった引張試験片 (応力指数 $n=2$ の領域) の TEM 写真である。歪速度 10^{-4}s^{-1} で行なった Fig. 5.10 (b) では粒界での粒界三重点で応力集中が解消されずに、矢印で示すようにサブグレインが発生している。一方で $n=2$ で粒界すべり変形律速の領域に位置する Fig. 5.10 (c) の TEM 写真では、転位の蓄積が確認されない。

45° 材について Fig. 5-11 に冷間圧延材の 700℃で 10^{-4}s^{-1} の引張試験後 (Fig. 2-10) の 応力に対して平行面から採取した試料の (a) FIB 加工後の SEI 像と TEM 写真を示す。Fig. 5-11 (e) から粒内の転位が酸化物粒子に絡まっている様子が

わかる。Fig. 5.12 は、粒界に負荷されるせん断応力が最大になる 45° 方向で行なった 1150°C 再結晶材の 100MPa (最小クリープ速度 $2 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$) でのクリープ試験片 (Fig. 3-3) から採取した組織写真である。Fig. 5.12(c) において、粒界近傍でのサブグレインの存在が確認でき、Fig. 3-3 で観察された表面のセレーションは、試料内部では粒界近傍が変形してサブグレイン化していることに対応している。サブグレインを挟んでいる2つの結晶粒の間の粒界はディフラクションパターンから対応粒界であった (Fig. 3-7 参照)。これは、中島らの研究[5]で、粒界部での変形は粒界エネルギーが低くなる対応粒界で起こることと一致しており、本研究においても変形により蓄積された歪により $1\mu\text{m}$ 前後の多数のサブグレインが粒界近傍に生成したと考えられる。

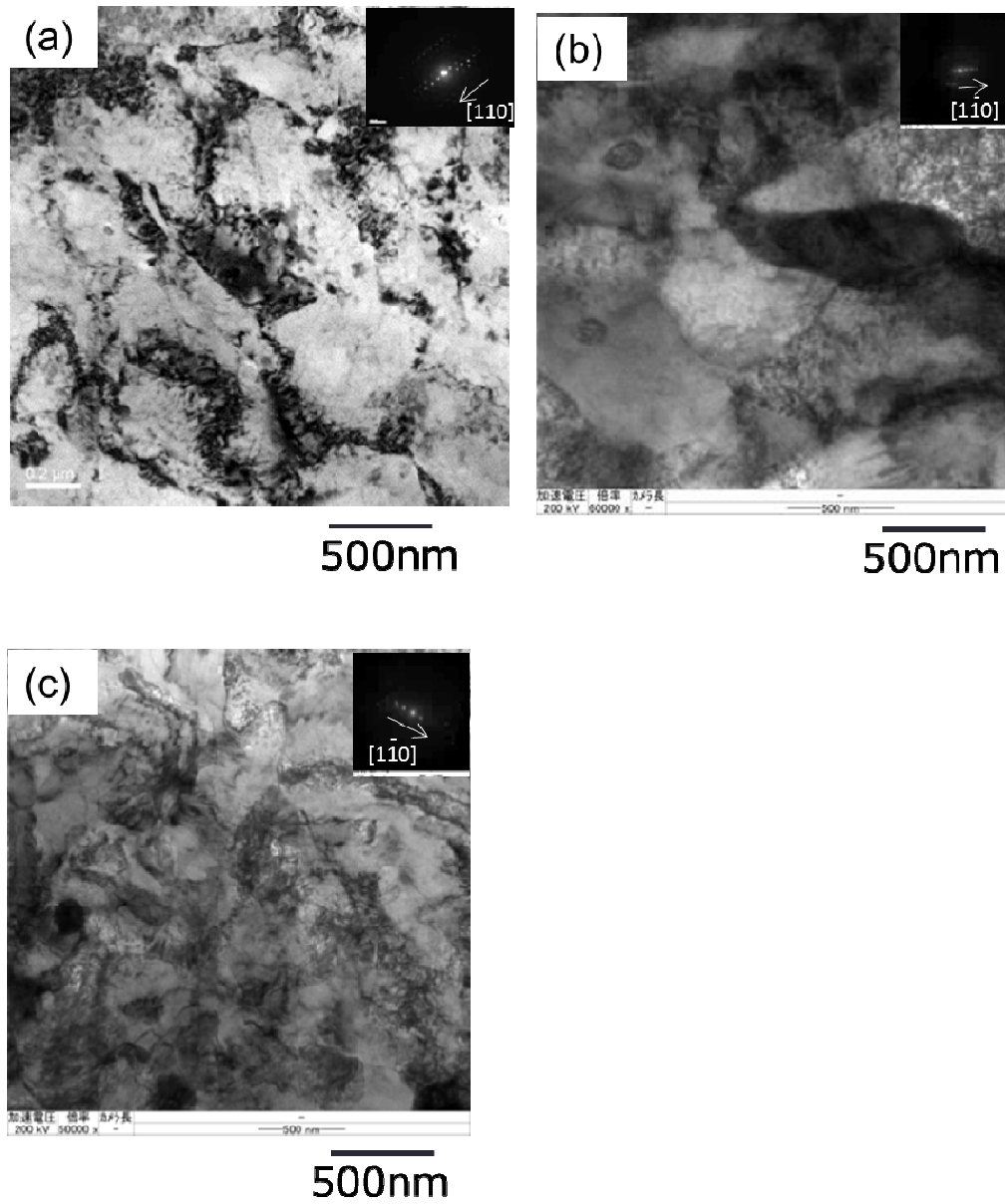


Fig. 5.6 冷間圧延材の 800°Cで行なった TD 材の TEM 写真（低倍率）
 (a) 冷間圧延まま、(b)歪速度 10^{-2} s^{-1}
 (c) 50MPa (最小クリープ速度 $2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$)

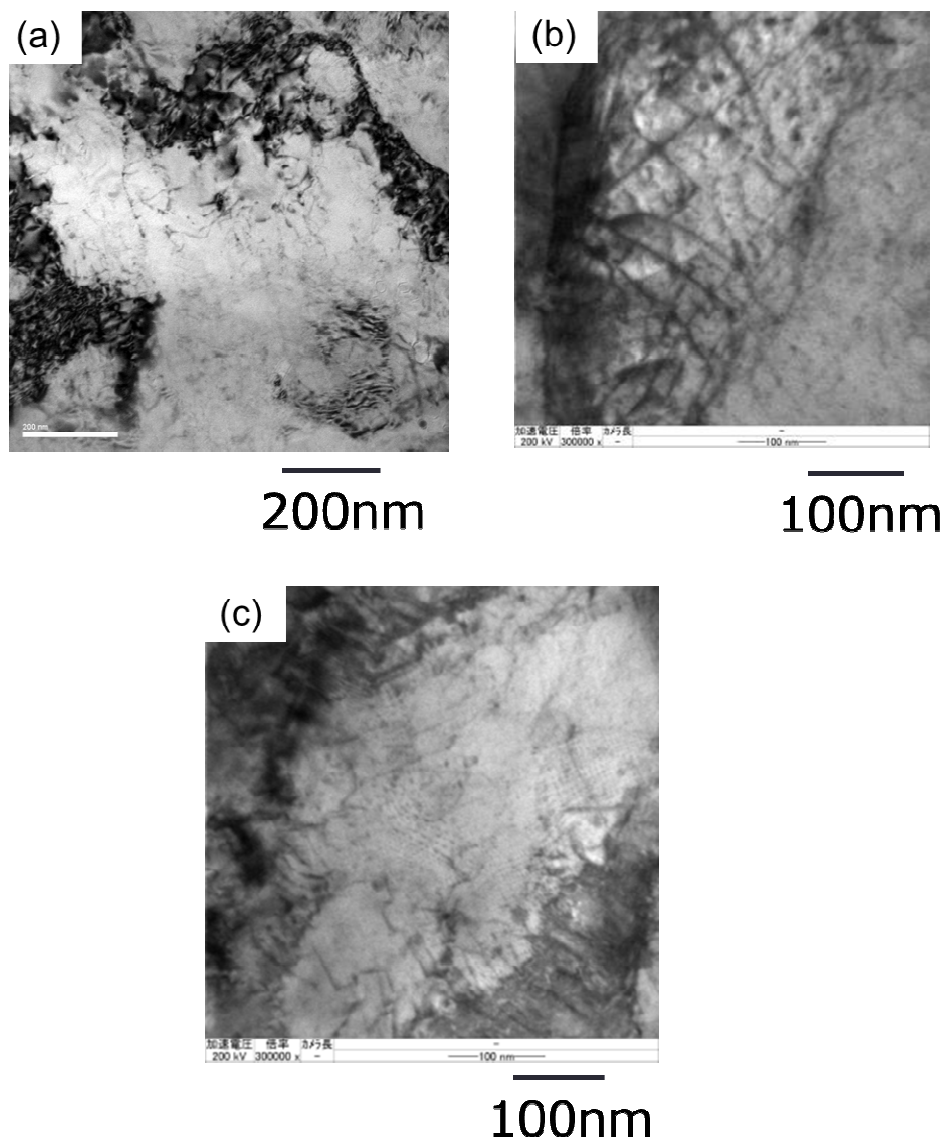


Fig. 5.7 冷間圧延材の 800°Cで行なった TD 材の TEM 写真（高倍率）

(a) 冷間圧延まま、(b)歪速度 10^{-2}s^{-1}

(c) 50MPa(最小クリープ速度 $2 \times 10^{-7}\text{s}^{-1}$)

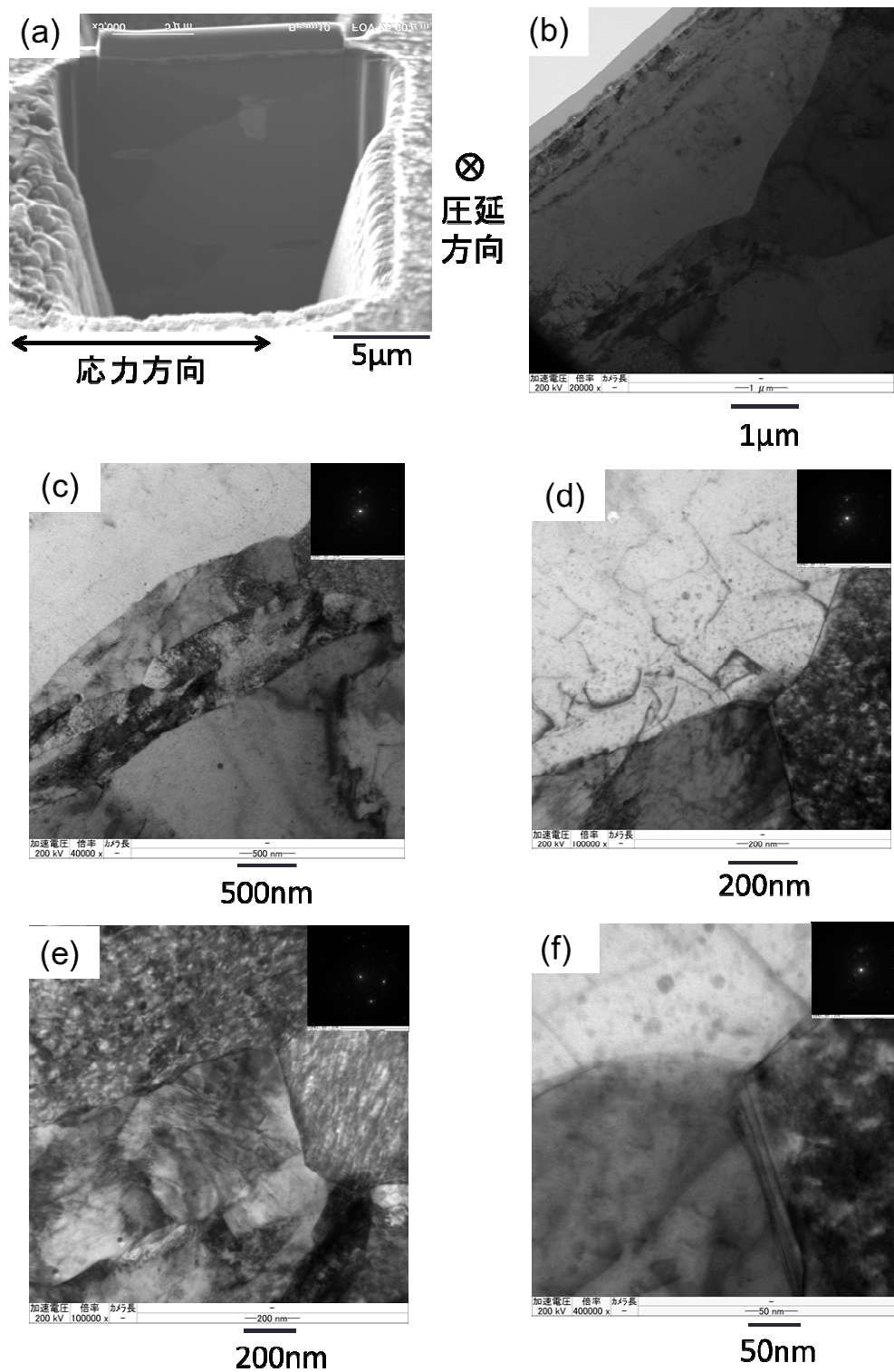


Fig. 5.8 1150℃再結晶材の 800℃歪速度 10^{-5}s^{-1} で行なった
TD 材の組織写真
(a) FIB 加工の SEI 像、(b)～(f) TEM 写真

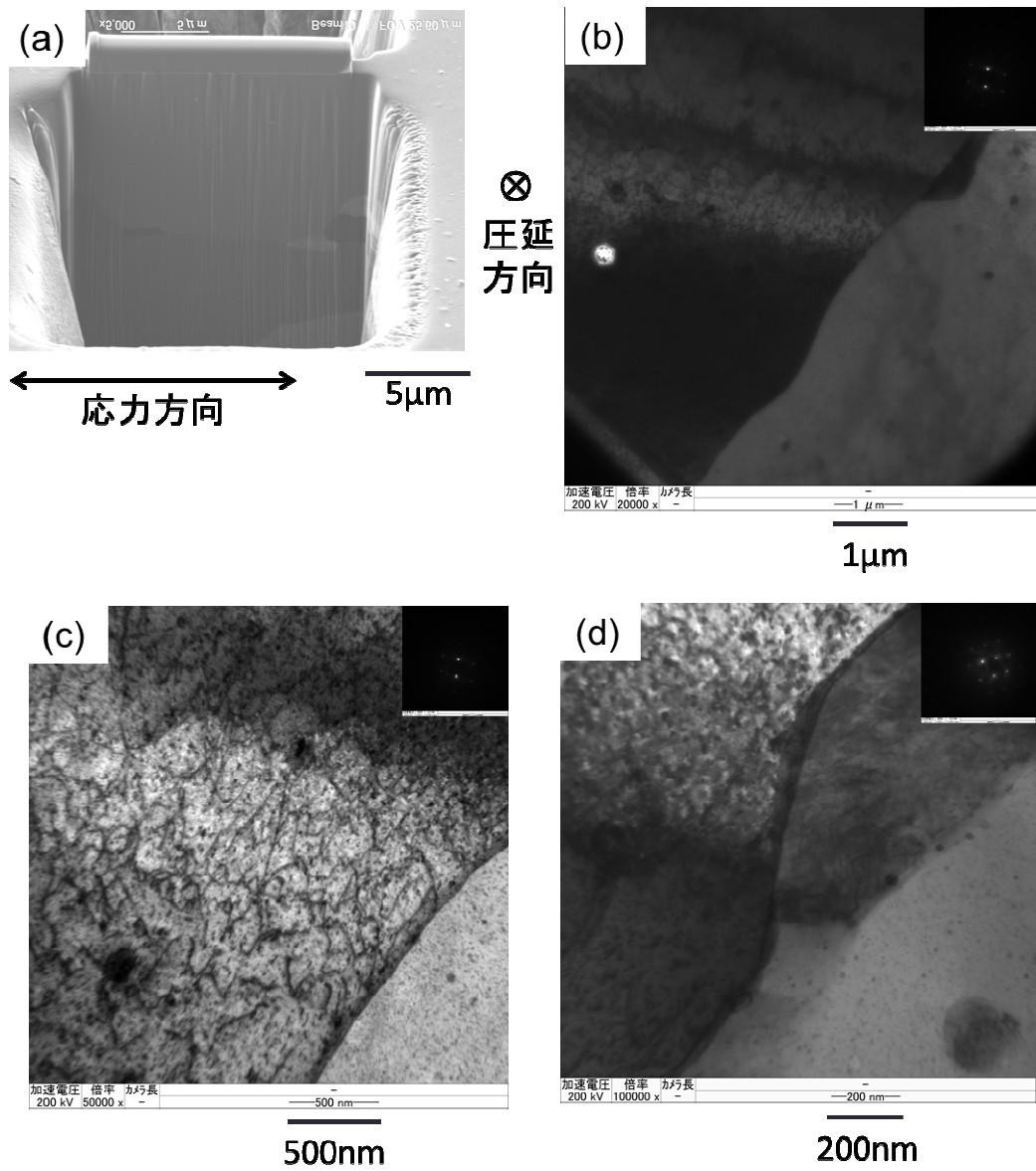


Fig. 5.9 1150°C再結晶材の900°C歪速度 10^{-3}s^{-1} で行なったTD材の組織写真
(a) FIB加工のSEI像、(b)～(d) TEM写真

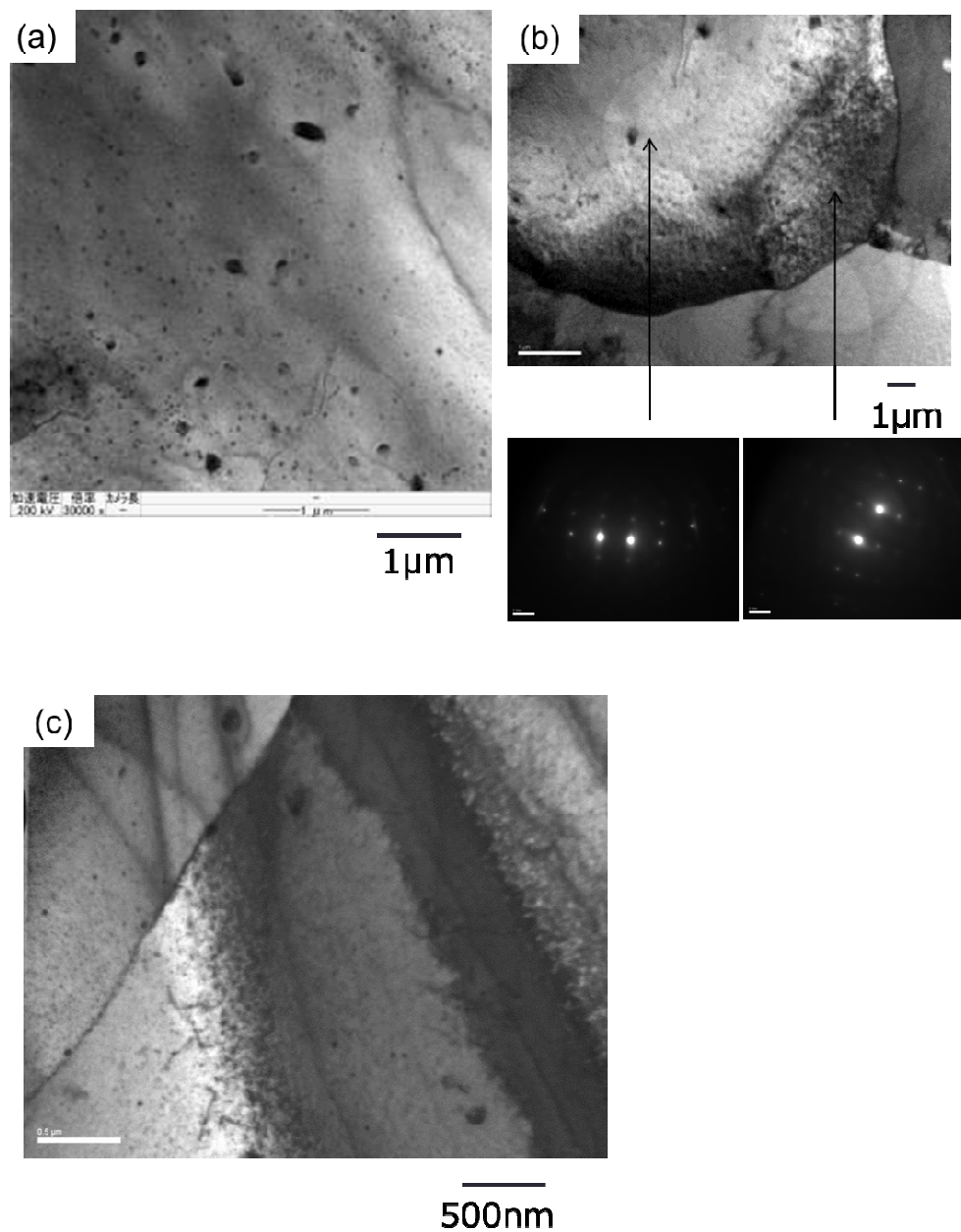


Fig. 5-10 1150°C再結晶材の 900°Cで行なった TD 材の TEM 写真
 (a) 再結晶材まま、(b)歪速度 10^{-4} s^{-1}
 (c) 歪速度 10^{-5} s^{-1}

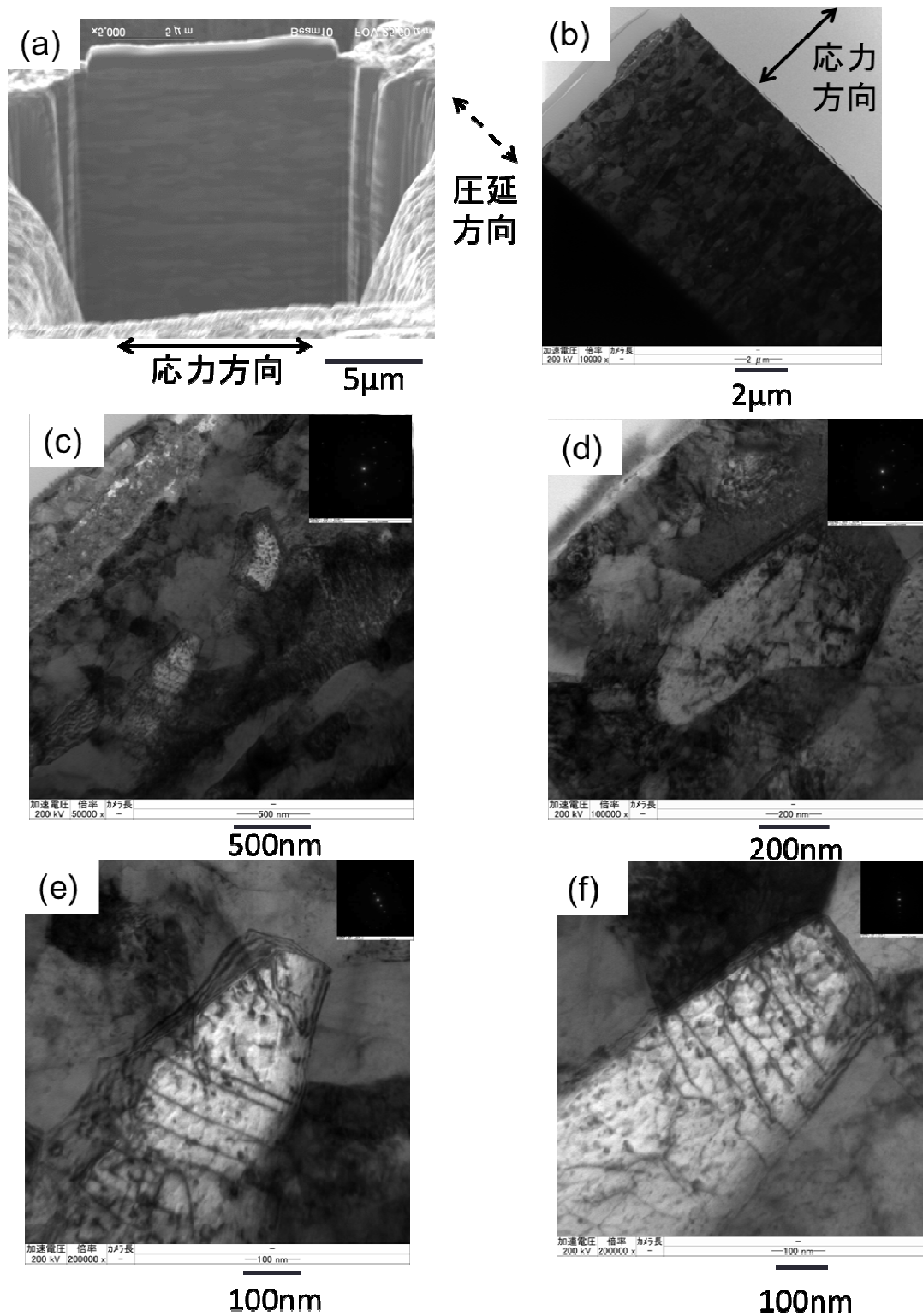


Fig. 5-11 冷間圧延材 45° 材 10^{-4}s^{-1} の 700°C 引張試験後の
(a)FIB 加工の SEI 像、(b-f)TEM 写真（応力平行面）

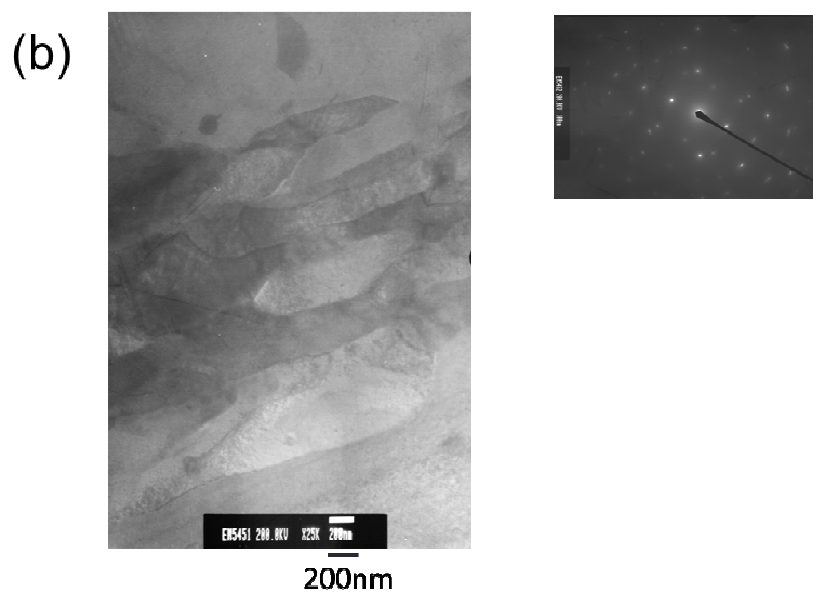
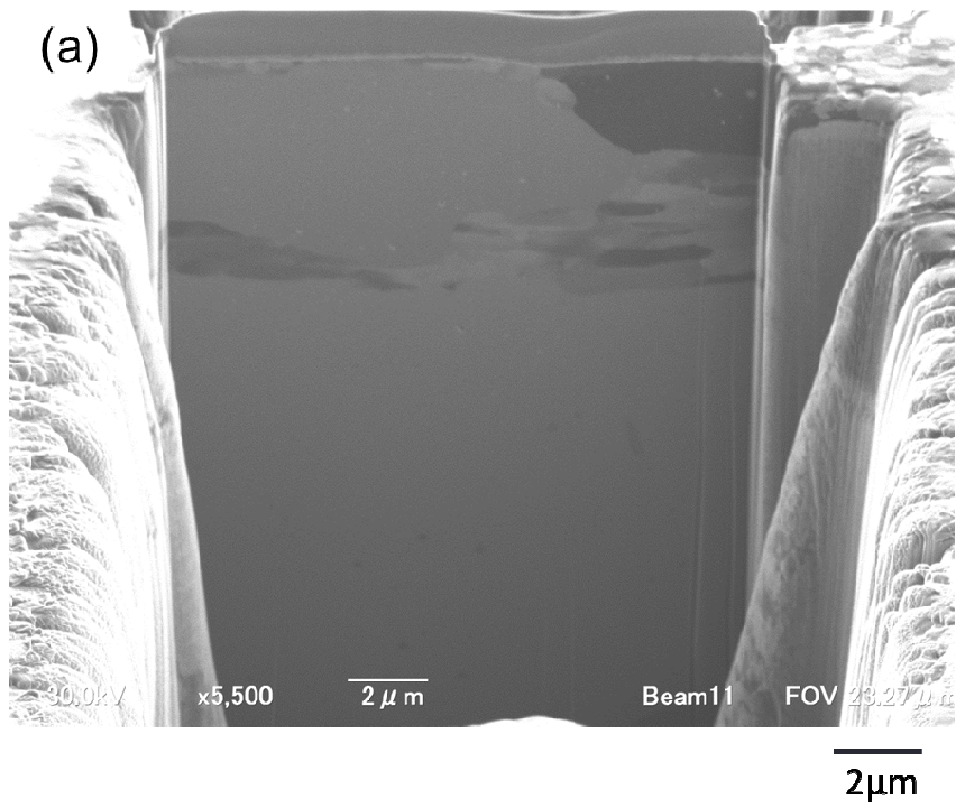


Fig. 5-12 再結晶材 45° 材の 800°Cで 100MPa のクリープ試験後の
(a)FIB 加工の SEI 像、(b)TEM 写真（応力垂直面）

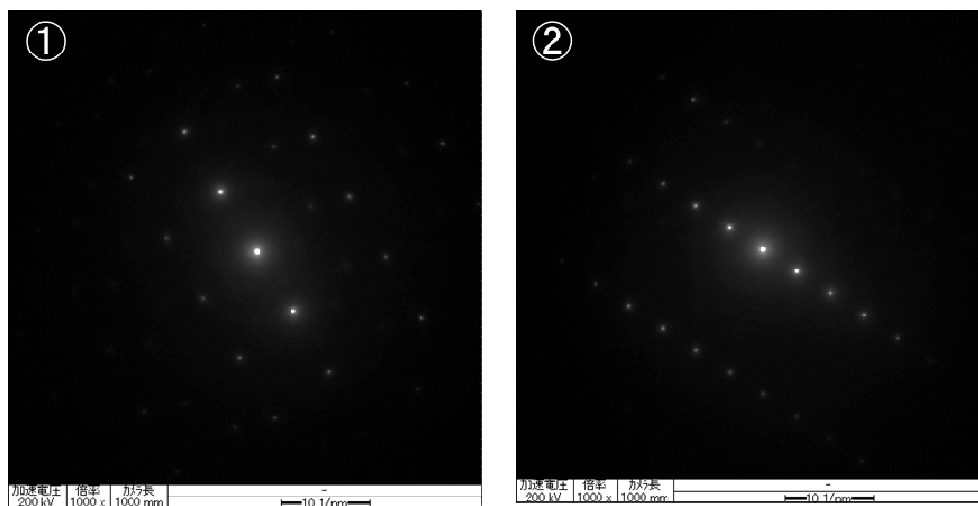
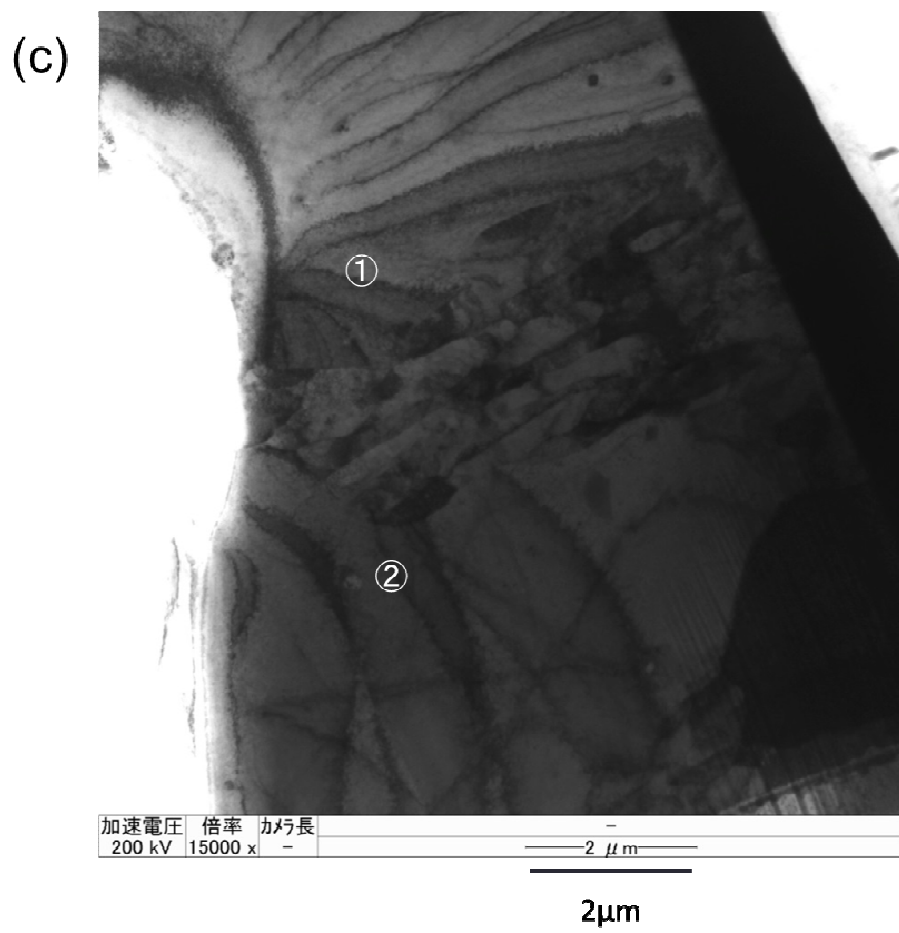


Fig. 5-12 再結晶 45° 材の 800°C で 100MPa のクリープ試験後の
(c) 粒界近傍の TEM 写真

5.4 考察

以上の結果から冷間圧延材と再結晶材についてそれぞれの高温変形における律速過程について考察する。

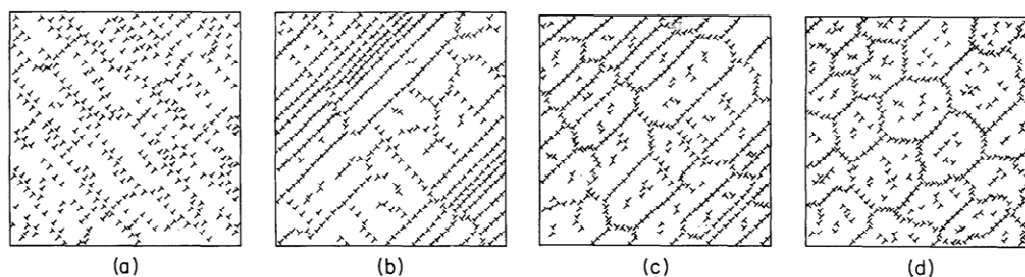
垂直方向に応力負荷した冷間圧延材の歪速度を Fig. 5.13 に示すような O. D. Sherby らが提案しているサブグレイン中の転位の上昇運動が変形の律速過程としてとらえると、式(5.2)で表わされる[2]。

$$\dot{\varepsilon} = 1.5 \times 10^9 \cdot \left(\frac{D_{eff}}{b^2} \right) \left(\frac{\lambda}{b} \right)^3 \left(\frac{\sigma}{E} \right)^8 \quad (5.2)$$

応力 $\sigma = 50 \text{ MPa}$ 、 800°C でのヤング率 $E = 120 \text{ GPa}$ 、有効拡散係数を $D_{eff} = 1 \times 10^{-14} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ 、バーガースベクトル $b = 3 \times 10^{-10} \text{ m}$ 、サブグレインサイズを Fig. 5.6(c) から $\lambda = 100 \text{ nm} = 1 \times 10^{-7} \text{ m}$ として、式(5.2)に代入すると、歪速度 $\dot{\varepsilon} = 5.6 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ となり、本研究での最小クリープ速度の歪速度 $\dot{\varepsilon} = 1.0 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ と近い値になる。

このことから、 800°C において垂直方向に応力負荷した冷間圧延材の高温変形の律速過程は酸化物分散粒子によりピン止めされて形成したサブグレイン内の転位の上昇運動による変形と考えられる。

一方、 900°C で垂直方向に応力負荷した再結晶材については、 45 MPa で 10^{-5} s^{-1} の歪速度が得られている。再結晶材では転位密度が低いことから、粒界すべりで粒界三重点に蓄積した応力集中は、これにより生成する空孔の濃度勾配下での拡散で緩和され、連続した粒界すべりと空孔の拡散による拡散クリープ変形が生じると考えられる。この場合、式(3.2)を適用でき、最大引張強さ $\sigma = 45 \text{ MPa}$ 、 900°C でのヤング率 $E = 100 \text{ GPa}$ 、格子拡散係数 $D_L = 5 \times 10^{-16} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ 、結晶粒径 $d = 250 \mu\text{m} = 2.5 \times 10^{-4} \text{ m}$ を代入すると、 $1.04 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ となり、実験値と良く一致する。このことから、再結晶材では 900°C において粒界すべりと空孔の格子拡散による応力緩和が支配的に生じていると考えられる。



(a) After instantaneous strain, (b) and (c) transient creep
(d) Steady-state creep

Fig. 5-13 クリープ変形中における転位の再配列の様子 [2]

5.5 ODS フェライト鋼の高温変形モデル

本研究の目的である ODS フェライト鋼の強度異方性の要因を考える上で、粒界近傍での変形が重要であることが明らかになった。粒界近傍での変形に着目した高温変形について、実験結果を踏まえて改めて考察する。

Nabarro-Herring の空孔拡散機構[6] (以下、N-H 機構)は応力勾配下での空孔の格子拡散で起こる変形モデルであり、これまでの多くの研究で微細結晶粒を持つ材料の粒界すべりの応力緩和モデルに用いられている。転位運動を伴う粒界すべりの形態として Gifkins はコア・マントルモデル[7] を提案しており、N-H 機構を発展させて、結晶粒内を変形しづらい核 (コア) と粒界を流動的に変形するマントルとして、次のように粒界すべり変形を説明している。粒界すべりを生じさせるために粒界上を動いた粒界転位は粒界三重点に集積する。そこで発生する応力集中により粒界転位は粒内転位となり、マントル内を運動し結晶粒の回転を生じさせる。それらによって転位は消滅や再結合して新たな粒界

転位になる。また、空孔拡散を伴う粒界すべりとして Ashby と Verrall はスイッチングモデル [8] を提案している。このモデルでは、隣接する結晶粒の境界がすべり変形や空孔の吸収によって変形前後で形状変化を伴うスイッチング機構として説明している。本研究で用いた ODS フェライト鋼は冷間加工材の再結晶開始温度に相当する 900°C では、原子拡散が活発化し、粒内転位の回復も顕著におこることから、スイッチングのような変形機構が働いていたと考えられる。

以上のことから、ODS フェライト鋼の高温変形で生じる粒界近傍での変形過程は以下のように考えられる。

- ① 変形初期では、粒界転位により粒界すべりが起こる。しかし隣接する結晶粒との粒界三重点で拘束が生じ、応力集中によりこれ以上粒界すべりが進行しない。そこで応力集中の解消が必要になる。
- ② 応力勾配下で空孔 (vacancy) に濃度勾配がつき、空孔の粒界拡散で変形が進行する Coble クリープや格子拡散で空孔が拡散する N-H クリープが生じて、応力緩和が起こる。
- ③ 空孔移動に伴い結晶粒内部に存在する転位の再配列や上昇 (climb) 運動が起こり、動的な回復、再結晶が生じる。これにより転位密度を減少させる方向に変形が起き、応力緩和に伴い粒界すべりが起こり、これら拡散クリープと粒界すべりが連続して起こる

以上のことから結晶粒の配向に加えて、転位の再配列・運動が高温変形を支配している。転位密度を冷間圧延材と 1150°C 再結晶材についてまとめたものを Table 5.1, Fig. 5.14 に示す。まず、冷間圧延材について見ると、変形前の冷間圧延材では $9.91 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ であり、800°C × 1 時間の等温熱処理材ではほぼ変化が無く、 $1.39 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ であった。このことから変形を加えない静的な熱処理では転位組織の変化が起こっていないと考えられる。変形後の試料では、歪速度が遅くなるに

つれて転位密度の減少が見られ、TD 材の 800°C50MPa(最小クリープ速度 $2 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$) の転位密度は変形前の約半分の $5.39 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ であった (Fig. 5.7(c))。これは変形中に転位の回復が生じた結果、動的再結晶が促進されていることを示唆している。

次に 1150°C再結晶材について、変形前の転位密度は $3.91 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$ であった。冷間圧延材と比較して 1 ケタ小さいことがわかる。変形後の転位組織は 45° 材で 800°C100MPa の転位密度が変形前の約 2 倍の $8.85 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$ であった。これは、Fig. 5.12(c)で見られる粒界近傍のサブグレイン形成に伴って、粒内の転位が酸化粒子によってピン止めされた結果、転位密度の上昇につながったのではないかと考えられる。

Fig. 5.15 は 1150°C再結晶材の T 方向の 700°Cから 900°Cの歪速度を温度の逆数 ($1/T$) と歪速度 $\dot{\epsilon}$ の片対数でアレニウスプロットした結果である。式(1.4)を用いると、変形の見かけの活性化エネルギー Q は 213.5kJ/mol となり、 α 鉄の自己拡散係数の活性化エネルギー 251kJ/mol [1] に近い。このことは粒界すべりが最も起こる垂直方向の場合でも、高温変形が空孔移動に律速されていることを示している。

本研究の目的は結晶粒の配列方向によって高温強度に著しい相違が発生するメカニズムを解明することであった。以下に序論で述べた 3 つの課題について、本研究から得られた結果を総括する。

①応力指数 $n=2$ は実際に現れるかについては、900°Cの再結晶 TD 材の低歪速度側で出現した。しかし、冷間圧延材、再結晶材ともに変形の律速過程は空孔移動であり、空孔吸収による転位の上昇運動で変形が支配されている。平行方向に比べて垂直方向では結晶粒毎に転位の動的回復・再結晶が生じる頻度が高いことから、同等の応力で歪速度が上昇したと考えられる。

②粒界すべりの観察については、Ashby の粒界すべりのスイッチングモデル [8] に示される空孔の格子拡散による変形前後のスイッチングが見られ、Fig. 5.16 から変形前に試験片側面に FIB により描写した Grid が、変形後に粒界で明瞭にズレていることが観察された [3]。このことから 900℃低歪速度側で粒界すべりと格子拡散による拡散クリープが連続的に生じていることが明らかになった。

③これらに基づく、粒界変形の支配因子の解明。

粒内の転位密度が高い冷間圧延材では、800℃の高温変形で動的回復・再結晶が生じ、O. D. Sherby らが提案している酸化物粒子が分散されている材料でサブグレインが形成する場合の転位の上昇運動に律速されることが明らかになった。

転位密度が低い再結晶材では 800℃において粒界での応力集中の緩和が十分に生じることができずに、変形の律速過程は転位の酸化物粒子を乗り越えるプロセスが律速過程になっている。一方、等温熱処理で再結晶する温度である 900℃では粒界すべりが生じた後に、粒界で生じる応力集中を空孔移動や粒内転位の移動で緩和することができることから、低歪速度で連続的な粒界すべりと空孔拡散による N-H 拡散クリープ変形が進行すると考えられる。

Table5-1 変形前後の転位密度 (単位は m^{-2})

冷間圧延材(CW)	1150℃再結晶材(Rec.)	
変形前	変形前	
9.91×10^{13}	3.91×10^{12}	
800℃1h annealed		
1.39×10^{14}		
800℃変形後	800℃変形後	900℃変形後
LD- $10^{-5}s^{-1}$	LD- $10^{-6}s^{-1}$	TD- $10^{-4}s^{-1}$
8.95×10^{13}	1.51×10^{12}	2.16×10^{12}
TD- $10^{-1}s^{-1}$	45°- $2 \times 10^{-6}s^{-1}$	TD- $10^{-5}s^{-1}$
1.55×10^{14}	8.85×10^{12}	1.65×10^{12}
TD- $10^{-2}s^{-1}$		
8.79×10^{14}		
TD- $2 \times 10^{-7}s^{-1}$		
5.39×10^{13}		

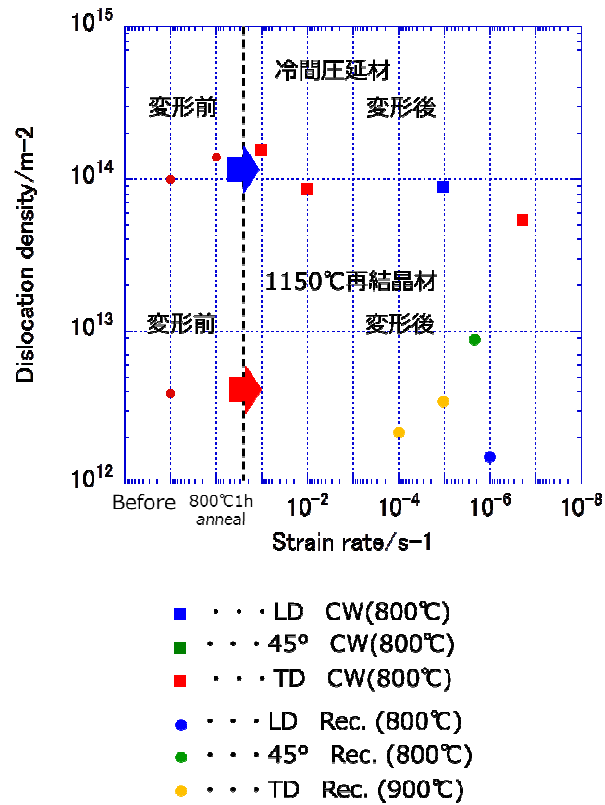


Fig. 5-14 変形前後の転位密度の変化

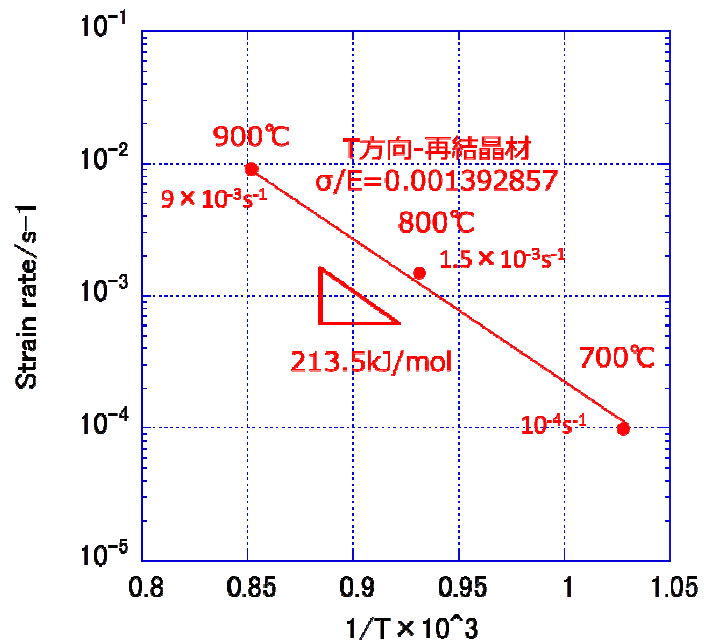


Fig. 5-15 1150℃再結晶-TD 材の温度と歪速度によるアレニウスプロット

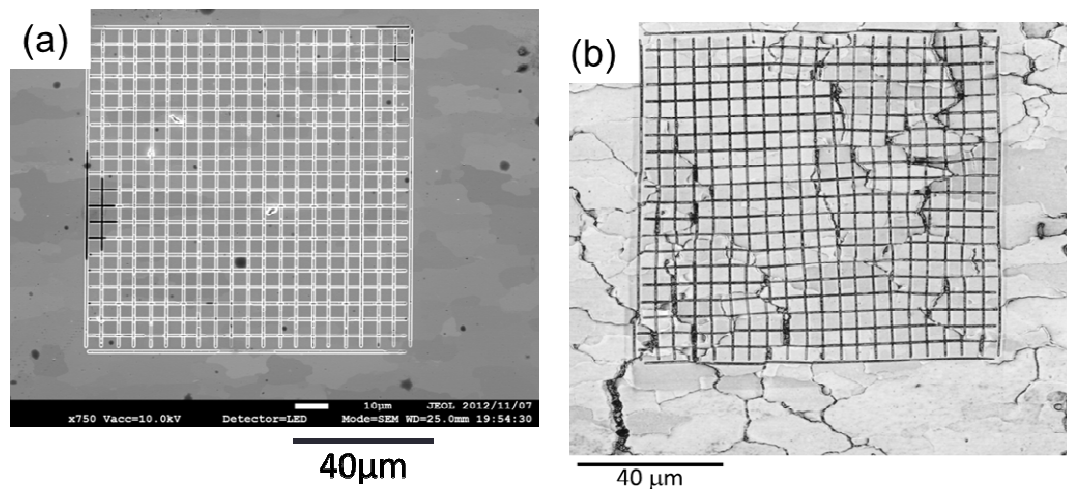


Fig. 5-16 再結晶材の 900°C 歪速度 10^{-5}s^{-1} の試験片側面の
変形前後の組織変化 [3]

(a) 変形前、(b) 変形後の側面観察した写真

5.6 まとめ

ODS フェライト鋼の高温変形過程について、以下の結論を得た。

- ・ 800°C、垂直方向で変形させた冷間圧延材では低歪速度においても変形後の粒内で転位のタングルやセル組織の形成が認められることから、変形は転位の運動による粒内変形である。

- ・ 900°C、垂直方向で変形させた再結晶材において $n=2$ の出現領域があり、粒界すべり変形と空孔拡散による拡散クリープ変形が連続的に生じている。

- ・ 本研究の結果から、高速増殖炉の燃料被覆管の使用温度である 700°C では、粒界すべり律速の変形は起こらないと予想される。しかし、高速増殖炉の事故時に被覆管の温度が 900°C 以上に上昇すると、 $n=2$ の粒界変形モードが出現し、高歪速度で変形が加速することが予測される。今後、本研究で行なった高温での応力-歪両対数プロットを活用することで、事故時における燃料被覆管の変形を評価することが可能である。

参考文献

- [1] 改訂 金属物理学序論、幸田成康著、コロナ社(1973)
- [2] O. D. Sherby, R. H. Klundt, and A. K. Miller: *Metall. Trans.*, **8A** (1977), 843
- [3] S. Taniguchi, N. Kawai, E. Sato: *Materials Science Forum*, **735**, (2013) 79
- [4] Bin Leng: 北海道大学 平成 24 年度博士論文, Study on Cold Rolling and Recrystallization in Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels.
- [5] 中島 英治、竹内 宗孝: 鉄と鋼、**86**、No. 6、(2000)、357
- [6] C. Herring: *J. Appl. Phys.*, 21, (1950) p437
- [7] R. C. Gifkins and K. U. Snowden: *Trans. Metall. Soc. AIME*, 239 (1967) 910
- [8] M. F. Ashby and R. A. Verrall: *Acta Metall*, 21, (1973) 149
- [9] E. Arzt, M. F. Ashby and R. A. Verrall: *Acta Metall.*, **31**, (1983) 1977

第6章 総括

以下に、本研究の成果をまとめて示す。

6.1 ODS フェライト鋼の引張変形挙動(第2章)

高温では、粒界での変形の割合がLD材より粒界の数の多い45°材で大きいことを定量的に示し、ODS フェライト鋼の高温変形は粒界部の変形が主な変形であることを明らかにした。

6.2 ODS フェライト鋼のクリープ変形挙動(第3章)

45°材の変形後の組織から対応粒界の近傍でサブグレインの形成やセレーションが観察され、ODS フェライト鋼の高温変形は、粒界部に蓄積した応力の局所的緩和過程であることを明らかにした。

6.3 ODS フェライト鋼の高温変形に及ぼす歪速度依存性(第4章)

冷間圧延材の高温変形後には、粒内のKAM値が低くなり、歪が変形前に比べて減少していることから、高温変形中に粒内で転位の回復・再結晶が生じている。持続的な粒界部での変形と粒内の動的回復が相互作用することで、粒界近傍で変形が生じることを示した。

6.4 結晶粒組織変化に基づいた高温変形メカニズムの解明(第5章)

本研究で行なったODS フェライト鋼の高温変形は、粒界近傍でのサブグレインの形成、粒内転位の上昇運動による回復に支配されていることが明らかになった。一方、900℃における再結晶材垂直方向の変形は、粒界すべり変形と拡散クリープ変形が連続的に生じていた。以上のことから、ODS フェライト鋼の燃料被覆管の内圧周方向の変形メカニズムは、温度依存性があることを示した。

謝辞

本研究を行なうにあたり、懇切なるご指導を賜りました指導教員の鶴飼 重治教授に心より感謝致します。また、エネルギー材料講座 先端高温材料工学研究室 林 重成准教授、大野 直子助教、田中 順一技官（現、熱エネルギー変換材料分野）の温かいご指導のおかげで本研究は大きく進展致しました。諸事におきまして、秘書の小椋 雅子様、岩田 洋子様には多くのご支援を頂きました。この場を借りて感謝申し上げます。

研究内容に対しご意見を頂きました三浦 誠司教授、橋本 直幸准教授を初め、本学 材料科学専攻の先生方に深く感謝致します。特に、本研究を遂行するにあたり、鈴木 亮輔教授、坂入 正敏准教授、菊地 竜也准教授には快く実験機器を貸与いただき、感謝申し上げます。

本研究に関して快くご協力いただいた宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究所 (ISAS/JAXA) 佐藤 英一教授、総合大学院大学 松永 哲也氏（現 東北大学助教）、東京大学大学院工学系研究科マテリアル工学専攻 谷口 聡氏（現 新日鉄住金株式会社）、増田 紘士氏には、深く感謝申し上げます。

九州大学 中島 英治教授、波多 聡准教授、池田 賢一助教、京都大学工学研究科 寺田 大将助教、首都大学東京 北薊 幸一准教授、University of Wisconsin, Madison Prof. Todd R. Allen、株式会社コベルコ科研 奥田 隆成様には、本研究に対してご厚意で多くのご意見を頂き、深く感謝申し上げます。

また電子顕微鏡の使用に関して全自動微小部分析装置研究室 宮崎 宣幸様、遠堂 敬史様、王 永明様、光電子分光分析研究室 鈴木 啓太様、超高压電子顕微鏡施設 大久保 賢二様、大多 亮様、谷岡 隆志様、山本 美佳様、創成研究機構 吉田 裕様にはご支援をいただき、ご御礼申し上げます。

先端高温材料工学研究室の皆様には 6 年間の研究室生活を通じて多くのことを学ぶことができ、心より感謝の意を表します。特に本研究の実験に関わってアドバイスを下さった Steward Ford 氏、北島 由梨氏、阿内 三成氏、唐 慶新氏、冷 浜氏、能登 裕之氏、韓 文妥氏、章 林氏、呉 小超氏、施 詩氏には大変お世話になりました。

本研究は、日本学術振興会特別研究員制度、並びに財団法人北海道大学クラーク記念財団により研究費の支援を受けて行った内容を含みます。

本実験の一部は、文部科学省『ナノテクプラットフォーム事業』の支援を受けて、実施した電子顕微鏡のデータを記載しております。重ねて感謝申し上げます。

最後に、研究生活を支えていただいた両親に深く感謝致します。

2014年2月吉日

杉野 義都